Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition

Konzepte und Arbeitsabläufe

Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2013, 2014

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

Microsoft ® - Microsoft is a U.S. registered trademark of Microsoft Corporation.

Handbuch-Teilenummer

M8301-92016

Ausgabe

09/2014

Gedruckt in Deutschland

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn, Germany

Dieses Produkt kann als Komponente eines In-vitro-Diagnosesystem eingesetzt werden, sofern das System bei den zuständigen Behörden registriert ist und den einschlägigen Vorschriften entspricht. Andernfalls ist es nur für den allgemeinen Laborgebrauch vorgesehen.

Softwareversion

Dieses Handbuch ist für Version C.01.07 der Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition gültig.

Microsoft® ist eine in den USA eingetragene Marke der Microsoft Corporation.

Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen jederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o.ä.aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

WARNUNG

Ein WARNUNG-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

In diesem Handbuch...

In diesem Handbuch werden die Konzepte der Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition beschrieben. Der Begriff ChemStation bezieht sich im Folgenden immer auf Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition.

In diesem Handbuch wird die effiziente Nutzung der Datenerfassungs-, Datenanalyse- und Reportausgabefunktionen von OpenLAB CDS ChemStation Edition C.01.07 beschrieben, mit denen Sie die Produktivität Ihres Labors steigern können.

1 Grundlegende Konzepte für OpenLAB CDS ChemStation Edition

In diesem Kapitel werden die Arbeit mit ChemStation sowie die Fernsteuerung, die grafische Benutzeroberfläche und die ChemStation-Ansichten beschrieben.

2 Mit Methoden arbeiten

Die Methode ist ein zentraler Bestandteil von ChemStation. In diesem Kapitel werden die Methodenkonzepte eingehend erläutert.

3 Datenerfassung

Dieses Kapitel bietet eine Einführung in den Prozess der Datenerfassung.

4 Automation/Sequenzen

Dieses Kapitel beschreibt die Konzepte der Automation. Erläutert wird die Arbeit mit Sequenzen in ChemStation, was beim Ablauf einer Sequenz geschieht und wie Sequenzen an spezifische Anforderungen angepasst werden können.

5 Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner

In diesem Kapitel werden die Konzepte der Analysenwarteschlange und des Warteschlangenplaners beschrieben. Das Kapitel erläutert, wie Einzelproben, Sequenzen oder Pausen zur Analysenwarteschlange hinzugefügt werden.

6 Datenanalyse- und Datenprüfungskonzepte

Sie können Ihre Daten entweder mit OpenLab CDS ChemStation Edition oder mit der neuen und verbesserten OpenLAB Data Analysis analysieren und überprüfen. In diesem Kapitel werden die Datenanalyse- und Datenprüfungsoptionen von ChemStation erläutert. Weitere Informationen zu OpenLAB Data Analysis finden Sie im Leitfaden OpenLAB Data Analysis - Erste Schritte.

7 Kalibrierung

In diesem Kapitel werden die Konzepte der Kalibrierung erläutert.

8 Reporterstellung

In diesem Kapitel werden die Konzepte der intelligenten und klassischen Reporterstellung beschrieben.

9 CE-spezifische Konzepte und Funktionen

Dieses Kapitel ist nur relevant, wenn Sie die ChemStation zum Steuern von CE-Geräten verwenden.

Inhalt

1 Grundlegende Konzepte für OpenLAB CDS ChemStation Edition 7

Begriffe und Abkürzungen 8
Einführung 9
Fernsteuerung von Geräten 10
Informationen zur ChemStation-Software 13
Datenstruktur von ChemStation 36

2 Mit Methoden arbeiten 41

Was ist eine Methode? 43
Die Bestandteile einer Methode 44
Methodenarten 46
Erstellen von Methoden 48
Methoden bearbeiten 49
Verwalten von Methoden 53
Was geschieht während der Ausführung einer Methode? 60

3 Datenerfassung 69

Was ist Datenerfassung? 70
Online-Monitore 72
Logbuch 73
Statusinformationen 74
Regeln und Warnmeldungen 76

4 Automation/Sequenzen 77

Was ist Automatisierung? 79
Was sind Sequenzen und Sequenzvorlagen? 80
Sequenzparameter 81
Grafische Probeneingabe 82
Sequenztabelle 85
Easy Sequence 91
Arbeiten mit Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen) 97
Logbuchdatei einer Sequenz 110

Was geschieht während der Ausführung einer Sequenz? 111
Struktur der Sequenzdatendatei 113
Vorgänge nach der Sequenz 124
Automatische Rekalibrierung 125
Spezifizieren von Neukalibrierungen 126
Sequenztypen 129

5 Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner 145

Unterstützte Arbeitsabläufe 146
Verwenden der Analysenwarteschlange 148
Verwenden des Warteschlangenplaners 151

6 Datenanalyse- und Datenprüfungskonzepte 153

Datenanalyse 154
Datenprüfung 169

7 Kalibrierung 173

Begriffserläuterung 174
Kalibrierverfahren 175
Kalibriertabelle 183
Peaksummierung 184
Unbekannte Proben 185
Neukalibrierung 186

8 Reporterstellung 189

Was ist ein Report? 190
Klassische und intelligente Reporterstellung 191
Intelligente Reporterstellung 192
Klassische Reporterstellung 201

9 CE-spezifische Konzepte und Funktionen 215

Spezifische CE-Funktionen der Agilent ChemStation in der Ansicht „Method and Run Control“ (Methoden- und Analysenlaufsteuerung) 216
Peakspitzentyp 220
Kalibrierarten 221
CE-MS 224
Methoden-Unterverzeichnisse für unterschiedliche CE-Modi 225

1 Grundlegende Konzepte für OpenLAB CDS ChemStation Edition

Begriffe und Abkürzungen 8
Einführung 9
Fernsteuerung von Geräten 10
Informationen zur ChemStation-Software 13
- Betriebssystem 13
- Zentrale Datenspeicherung 13
- Methoden und Sequenzen 14
- Systemkonfiguration 14
- Erfassungsmethodenansicht 14
- Optionen zum Herunterladen von Methoden 15
- Datenmodell 16
- Dateinamen-Konventionen 16
- Benutzeroberfläche der Software 20
- Datenerfassung 23
- Datenanalyse 25
- Reporterstellung 29
- Möglichkeiten und Kompatibilitäten 29
- Anpassung 30
- Automation 30
- Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner 32
- Gute Laborpraxis 32

Datenstruktur von ChemStation 36
- Ohne Erstellung eindeutiger Ordner 36
- Mit Erstellung eindeutiger Ordner 37
- Erstellung eindeutiger Ordner aktivieren bzw. deaktivieren 39
- Secure Workstation 40

In diesem Kapitel werden die Arbeit mit ChemStation sowie die Fernsteuerung, die grafische Benutzeroberfläche und die ChemStation-Ansichten beschrieben.

Begriffe und Abkürzungen

Tabelle 1 In diesem Dokument verwendete Begriffe und Abkürzungen

Begriff	Beschreibung
ChemStation	OpenLAB CDS ChemStation Edition
EZChrom	OpenLAB CDS EZChrom Edition
Datenspeicher	OpenLAB Datenspeicher
ECM	OpenLAB Enterprise Content Manager
RC .Net	RapidControl .Net Schnittstelle

Einführung

Bei Agilent OpenLAB handelt es sich um ein Laborsoftware-Portfolio, das eine offene Architektur und wiederverwendbare standardisierte Schnittstellen zur Verfügung stellt. Es gibt verschiedene OpenLAB-Lösungen für jede Phase im Lebenszyklus wissenschaftlicher Daten.

- Chromatographiedatensystem (CDS)

  OpenLAB CDS ist als EZChrom Edition oder als ChemStation Edition verfügbar. In diesem Handbuch wird die ChemStation Edition beschrieben.
- Enterprise Content Manager (ECM)
- Data Store
- Electronic Lab Notebook (ELN)

OpenLAB CDS bietet eine vollständige Gerätesteuerung von Agilent LC-, GC-, CE-, CE-MS- und LC-MS-Systemen. Es ermöglicht die Datenerfassung, -analyse und -interpretation mithilfe einer aus verschiedenen Techniken und Komponenten unterschiedlicher Hersteller bestehenden Gerätesteuerung. Die Chromatographie-Software wird über die OpenLAB Systemsteuerung gestartet. Von dort haben Sie Zugriff auf alle Funktionen der OpenLAB Shared Services.

Fernsteuerung von Geräten

Bei einer verteilten Systemkonfiguration können Sie Ihre ChemStation-Geräte von jeder OpenLAB Systemsteuerung aus konfigurieren und starten, die mit dem OpenLAB Shared Services-Server verbunden ist.

Geräte starten

Zum Konfigurieren oder Starten Ihrer Geräte können Sie die Schaltflächen *Gerät konfigurieren*, *Online starten* und *Offline starten* in der OpenLAB Systemsteuerung verwenden. Wie bei Workstation- oder Netzwerk-Workstation-Konfigurationen wird das Dialogfeld zur Gerätekonfiguration auf dem lokalen PC ausgeführt. Bei einer verteilten Systemkonfiguration läuft die ChemStation-Applikation selbst jedoch auf einem AIC-Computer und Sie rufen die Applikation über eine Remote-Desktop-Verbindung mit dem AIC-Computer auf.

Die ChemStation-Fernsteuerungsfenster werden unabhängig von der OpenLAB Systemsteuerung angezeigt. Sie können ein Gerät starten, die Systemsteuerung schließen und die Arbeit mit dem Gerät fortsetzen. Außerdem können Sie mehrere Instanzen der OpenLAB Systemsteuerung auf demselben Client mit verschiedenen Anmeldedaten ausführen. Die unterschiedlichen Anmeldedaten werden an die Geräte weitergeleitet, die Sie von der entsprechenden OpenLAB Systemsteuerung aus starten.

Sie können die Geräte, die auf einem entfernten AIC-Computer ausgeführt werden, anhand des Fenstertitels identifizieren. Dieser enthält sowohl den Geräte- als auch den AIC-Namen.

Sitzung trennen

Geräte, die auf einem AIC-Computer ausgeführt werden, sind unabhängig von dem Client, von dem aus Sie die Remote-Desktop-Verbindung geöffnet haben. Wird z. B. aufgrund eines Netzwerkausfalls die Verbindung zum Client abgebrochen, wird eine gerade auf dem Gerät laufende Sequenz dennoch fortgesetzt. Wenn Sie die Steuerung des Geräts wieder übernehmen möchten, nachdem die Netzwerkverbindung wiederhergestellt wurde, klicken Sie einfach erneut auf die Schaltfläche *Online starten* bzw. *Offline starten*.

Wenn Sie die Verbindung bewusst abbrechen möchten, klicken Sie auf die Schaltfläche **Close** oder wählen Sie **File > Exit**. Das Dialogfeld **Close** enthält zusätzlich die Schaltfläche **Disconnect**. Wenn Sie die Verbindung abbrechen, wird die Remote-Desktop-Verbindung beendet, das Gerät jedoch weiterhin ausgeführt.

HINWEIS Sie können die Remote-Desktop-Verbindung während der Ausführung einer Sequenz abbrechen.

Wenn Sie die Verbindung mit diesem Gerät wiederherstellen möchten, klicken Sie einfach erneut auf die Schaltfläche *Online starten* bzw. *Offline starten* in der OpenLAB Systemsteuerung. Sie können die Verbindung von jeder OpenLAB Systemsteuerung aus herstellen, die mit dem OpenLAB Shared Services-Server verbunden ist.

Wenn Sie auf *Offline starten* klicken, um die Verbindung mit einem Online-Gerät wiederherzustellen, oder umgekehrt, werden zwei Gerätefenster angezeigt: eines für das Online-Gerät und eines für das Offline-Gerät.

Sitzung übernehmen

Sie können eine aktive Sitzung übernehmen, indem Sie auf die Schaltfläche *Online starten* oder *Offline starten* in der OpenLAB Systemsteuerung auf einem anderen Computer klicken:

- Wenn Sie ein Gerät über die OpenLAB Systemsteuerung auf PC 1 gestartet haben und sich dann mit denselben Anmeldedaten bei der OpenLAB Systemsteuerung auf PC 2 anmelden und dort dasselbe Gerät starten, übernehmen Sie damit die vorhandene Sitzung und setzen die auf PC1 begonnene Arbeit einfach auf PC 2 fort.

HINWEIS Es wird keine Warnmeldung angezeigt, wenn der neue und der alte Benutzer dieselben Anmeldedaten haben.

- Auch wenn ein anderer Benutzer das Gerät über die OpenLAB Systemsteuerung auf einem anderen PC gestartet hat, können diese Sitzung übernehmen, falls Sie über die erforderliche Berechtigung verfügen. Sie müssen dazu die Berechtigung "**Take over ChemStation Remote Session**" besitzen. Falls der andere Benutzer ChemStation persönlich gesperrt hat, benötigen Sie außerdem die Berechtigung "**Break Session Lock**".

Wenn Sie die Sitzung übernehmen, wird der andere Benutzer darüber benachrichtigt. Sobald der andere Benutzer diese Nachricht bestätigt hat, wird das Gerätefenster auf dem PC dieses Benutzers geschlossen und auf Ihrem PC geöffnet. Der andere Benutzer erhält eine Meldung darüber, von wem die Sitzung übernommen wurde.

Online- und Offline-Geräte sind in derselben Sitzung enthalten und werden daher immer zusammen übertragen. Wenn in einer Sitzung bereits ein Online-Gerät und ein Offline-Gerät gestartet wurden, wird bei einer Sitzungsübernahme die Steuerung beider Geräte übertragen, unabhängig davon, ob Sie auf *Online starten* oder *Offline starten* geklickt haben. Wenn Sie auf *Offline starten* klicken und die Sitzung nur ein Online-Gerät umfasst, oder umgekehrt, werden zwei Gerätefenster angezeigt: eines für das Online-Gerät und eines für das Offline-Gerät.

Informationen zur ChemStation-Software

Betriebssystem

Für ChemStation C.01.07 ist das Betriebssystem Microsoft Windows 7 oder Windows 8.1 erforderlich.

Für die Kontrollkarten-Funktion von ChemStation ist Microsoft Excel erforderlich.

Zentrale Datenspeicherung

Ein zentrales Datenspeicherungssystem kann alle Arten von elektronischen Daten enthalten und ist unabhängig von proprietären Datenformaten. ChemStation-Rohdaten (und andere, von Menschen lesbare Dokumente, wie Arbeitshefte) werden zusammen mit *Metadaten* gespeichert. Hierdurch wird die Datensuche wesentlich vereinfacht. ChemStation-Methoden, Sequenzvorlagen, Reportvorlagen und Datendateien (Sequenzen und Einzelanalysen) können in das zentrale Repository hochgeladen und später bei Bedarf wieder auf ChemStation heruntergeladen werden.

Agilent bietet zwei Systeme zur zentralen Datenspeicherung:

- *OpenLAB Data Store* ist als Einzelserverlösung verfügbar und bietet eine zentralisierte Datenverwaltung für kleine bis mittelgroße Labors mit bis zu 30 Geräten. Es sorgt für die erforderliche Sicherheit, indem es die Einhaltung gesetzlicher Richtlinien unterstützt. Weitere Informationen finden Sie in der Dokumentation zu OpenLAB Data Store.
- *OpenLAB ECM* ist als Einzelserverlösung oder als verteilte Multiserverlösung verfügbar. Es ist geeignet für ein umfassendes Datenmanagement in Labors mit wenigen bis hin zu Hunderten von Geräten. Zudem sorgt es für die erforderliche Sicherheit, indem es die Einhaltung gesetzlicher Richtlinien unterstützt. Weitere Informationen finden Sie in der Dokumentation zu OpenLAB ECM.

Weitere Informationen zu den Konzepten von ChemStation mit zentraler Datenspeicherung bietet das *Benutzerhandbuch für Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition mit Central Data Storage*.

Mit Secure Workstation for OpenLAB CDS ChemStation Edition werden ChemStation und Data Store zusammen auf einem einzelnen Workstation-Computer installiert. Weitere Informationen über die Secure Workstation finden Sie im *Benutzerhandbuch für Secure Workstation für OpenLAB CDS ChemStation* .

Methoden und Sequenzen

Eine analytische Methode ist die vollständige Beschreibung einer bestimmten Trennung. Sie enthält alle Parameter zur Gerätesteuerung, Datenerfassung und Auswertung einschließlich Integration, Quantifizierung und Reporterstellung. Das System kann so konfiguriert werden, dass es Daten von verschiedenen Proben mit verschiedenen Methoden aufnimmt. Die Steuerdatei für eine solche Folge heißt Sequenz und enthält Informationen zu den einzelnen Proben. Sie greift auf die geeigneten Methoden und die Angaben zur Neukalibrierung zu. Weitere Informationen zu Methoden und Sequenzen entnehmen Sie bitte "Automation/Sequenzen" auf Seite 77 und dem Online-Hilfesystem.

Systemkonfiguration

Die Konfiguration des Gerätesystems erfolgt über die OpenLAB Systemsteuerung, die den Konfigurationseditor startet. Er ermöglicht Ihnen die Definition Ihres Analysegeräts, dessen GPIB- oder LAN-Adressen, der Verzeichnisse zur Speicherung von Daten, Sequenzen, Methoden sowie die Startgröße der ChemStation-Software auf dem Bildschirm. Darüber hinaus können Sie Intelligent Reporting und 3D-Spektralauswertung aktivieren oder deaktivieren und die Optionen zum Herunterladen von Methoden festlegen.

Erfassungsmethodenansicht

Mit der Erfassungsmethodenansicht können Sie die in einer Methode gespeicherten Erfassungsparameter unabhängig von der aktuellen Gerätekonfiguration überprüfen. Sie können diese Methode entweder in der Version für das ursprüngliche Gerät verwenden oder sie gegen die aktuelle Gerätekonfiguration abgleichen.

Optionen zum Herunterladen von Methoden

Die Optionen zum Herunterladen von Methoden legen das Verhalten von ChemStation fest, wenn sich die zuletzt ausgewählte Methode aus der vorherigen Sitzung des Analysegeräts von den aktuellen Einstellungen dieses Geräts unterscheidet. Sie können unter folgenden Optionen auswählen:

- **Download method to instrument**

  Die zuletzt ausgewählte Methode wird auf das Analysegerät heruntergeladen. Die Einstellungen des Analysegeräts werden überschrieben. Dieses Verhalten entspricht den ChemStation-Versionen bis C.01.03.

- **Upload method from instrument**

  Die Einstellungen des Analysegeräts werden in die zuletzt ausgewählte Methode hochgeladen. Die Methode wird als geändert gekennzeichnet.

- **New method from instrument**

  Die Einstellungen des Analysegeräts werden zu einer neu erstellten ChemStation-Methode hochgeladen.

- **Always ask user to choose an option**

  Beim Starten von ChemStation wird ein Dialog gezeigt, in dem Sie eine der oben beschriebenen Optionen auswählen können. Sie können in diesem Dialog auch die Einstellungen des Analysegeräts für jedes Modul mit den Einstellungen in der zuletzt ausgewählten Methode vergleichen.

  Sie können beim Vergleich der Unterschiede entweder die gesamte Liste der Einstellungen oder nur die Unterschiede anzeigen.

HINWEIS Dieser Dialog berücksichtigt nur die Einstellungen der Analysegeräten mit RC.Net Treibern. Einstellungen von Analysegeräten mit klassischen Treibern werden nicht berücksichtigt.

Datenmodell

Das Datensystem von ChemStation beruht auf bestimmten Speicherstrukturen, die als Register bezeichnet werden. Register sind zweckmäßige Strukturen, die analytische Daten und Informationen zweidimensional (z.B. mit Zeit- und Intensitätsachse) und dreidimensional (z.B. mit Zeit-, Intensitäts- und Wellenlängenachse) ablegen können.

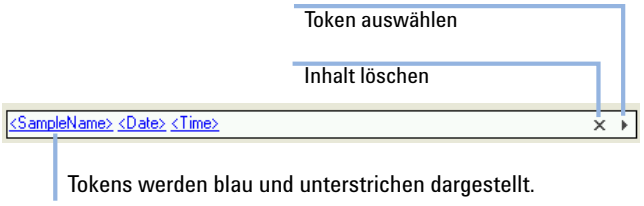
ChemStation verfügt über Befehle und Funktionen zur Konstruktion, Vergrößerung, Extraktion und – sofern keine Primärdaten geändert werden – Änderung von Registern. Weitere Informationen finden Sie in der Online-Referenz von ChemStation unter **Help > Commands**.

Dateinamen-Konventionen

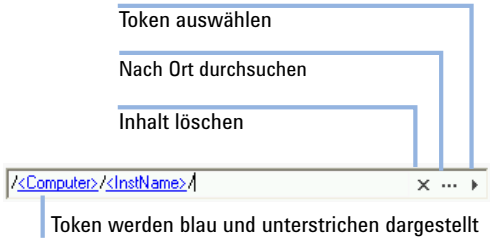
Dateinamen und Token

In den meisten ChemStation-Dialogen können bei der Eingabe eines Pfadnamens oder Dateinamens Token verwendet werden, um geeignete Namen dynamisch zu erstellen. Es stehen je nach Datei- oder Pfadnamen, die in einem gegebenen Dialog festgelegt werden, unterschiedliche Token zur Verfügung. In den folgenden Bildschirmseiten werden mehrere Token als Beispiele verwendet.

Die Steuerung der Dateinamen sieht folgendermaßen aus:



Die Steuerung der Pfadnamen sieht folgendermaßen aus:



Der resultierende Dateiname oder Pfadname wird in jedem entsprechenden Dialog zusätzlich angezeigt.

Folgende Optionen stehen beim Arbeiten mit diesen Feldtypen zur Verfügung:

- Statischen Text hinzufügen.
- Auf die Pfeilschaltfläche (▸) klicken, um ein Token aus der Liste zu wählen.

  Die Taste **Abwärtspfeil** drücken, um ein Token aus der Liste auszuwählen.
- Mit der rechten Maustaste auf eines der bereits verwendeten Token klicken, um es durch ein anderes Token von der Liste zu ersetzen.
- Auf die X-Schaltfläche klicken, um den aktuellen Inhalt des Feldes zu löschen.
- Auf die Taste mit den drei Punkten (···) klicken, um auf den benötigten Pfad zu wechseln.

Dateinamen-Konventionen

ChemStation erzeugt und verarbeitet nach folgenden Regeln gültige Namen für Dateien und Verzeichnisse:

Folgende Zeichen sind nicht als Namensbestandteil für Dateien und Verzeichnisse erlaubt:

< > : " / \ | @ % * ? ' °

Die Verwendung dieser Zeichen in Datei- oder Verzeichnisnamen kann beim Laden von Dateien in ChemStation Probleme bereiten. Außerdem wird bei Verwendung dieser Zeichen im Installationsordner die Überarbeitungskopie nicht gestartet. Wenn das Zeichen % im Installationsordner verwendet wird, funktionieren einige Verknüpfungen in ChemStation nicht ordnungsgemäß.

Zusätzlich gelten folgende Regeln:

Tabelle 2 Zeichenbeschränkungen

ChemStation-Parameter	Character
Namen für Methodendateien:	% und . (Dezimalpunkt) sind nicht erlaubt
Datenunterverzeichnis und Sequenzunterverzeichnis:	[] + = ; , . (Dezimalpunkt); Leerzeichen sind nicht erlaubt
Datendateinamen in Sequenzen	Leerzeichen sind nicht erlaubt

Folgende reservierte Gerätenamen können nicht als Dateiname verwendet werden:

- CON, PRN, AUX, NUL
- COMx (wobei x eine Zahl von 1 bis 9 ist)
- LPT1x (wobei x eine Zahl von 1 bis 9 ist)

Vermeiden Sie auch diese Namen mit anschließender Erweiterung (z. B. Nul.txt).

HINWEIS

Englische, japanische und chinesische Betriebssysteme prüfen die Einhaltung der Namens-Konventionen. Agilent kann keine Unterstützung bei nicht englischen Betriebssystemen und deren Sonderzeichen garantieren.

Maximale Länge der ChemStation-Namen für Dateien und Unterverzeichnisse

Im Folgenden sind die Agilent ChemStation-Spezifikationen für Datei- und Unterverzeichnisnamen aufgelistet:

Tabelle 3 Maximale Länge der ChemStation-Namen für Dateien und Unterverzeichnisse

Datendatei/Unterverz./Pfad	Max. Eingabelänge	Automatisch anfügen	Beispiel
Datensatzname einer Einzelprobe	60	.D	Demodad.d
Datendateiname in einer Sequenz, mit Präfix/Zähler	15	.D	longname000001.d
Benutzerdefinierte Reportvorlagen für Methodensequenzen- und Hypersequenzbibliotheken	40	. M . S . HYP . UVL . FRP	def_lc.m def_lc.s def_lc.hyp demodad.uvl areapct.frp
Datendatei-Unterverzeichnis	40		Demo (in Probeninformation)
Datensequenz-Unterverzeichnis	40		Demo (in Sequenzparametern)
Ergebnissatz-Name	40		test_date_time (wird unter Verwendung der Sequenzvoreinstellungen erstellt)
Datenpfad Methodenpfad Sequenzpfad Hypersequenzpfad Bibliothekenpfad Pfad für kundenspezifische Reportvorlagen	100	100	c:\chem32\1\data c:\chem32\1\methods c:\chem32\1\sequence c:\chem32\1\hyper c:\chem32\speclib c:\chem32\repstyle

Alle ChemStation-Logbücher zeigen Systemmeldungen in einem erweiterten Format an. Informationsmeldungen werden über mehrere Zeilen ausgegeben. Einige Reports (z. B. Sequenzreports) kürzen Dateinamen, damit alle Angaben in die Reportvorlage passen.

Benutzeroberfläche der Software

Die ChemStation-Software ist in mehrere Ansichten gegliedert, in denen Softwarefunktionen entsprechend deren analytischen Aufgaben in Gruppen zusammengefasst sind. Die Softwarekonfiguration umfasst standardmäßig die folgenden drei Ansichten:

- die Methoden- und Analysensteuerungsansicht zur Gerätesteuerung und zur Datenerfassung
- die Datenanalyse-Ansicht zur erneuten Auswertung bereits erfasster Daten
- die Datenprüfungsansicht zum Prüfen der Daten mithilfe spezifischer Reportvorlagen
- die Reportlayout-Ansicht zum Erstellen bestimmter Reportvorlagen

Für weitere Datenanalysenmodule oder bestimmte Gerätekonfigurationen für Fehlerdiagnosen und Geräteüberprüfungen stehen zusätzliche Ansichten zur Verfügung. Zudem kann die ChemStation-Ansicht „Companion“ verwendet werden, wenn die Gerätebediener die Möglichkeit haben sollen, Proben bequem über eine vorgefertigte Tabelle abzuarbeiten.

Das Navigationsfenster enthält die Navigationsschaltfläche, mit der Sie schnell zwischen den ChemStation-Ansichten und der Baumstruktur des ChemStation-Explorers wechseln können Der Inhalt des ChemStation-Explorers ist abhängig von der jeweiligen Ansicht und bietet Zugriff auf unterschiedliche ChemStation-Elemente.

Jede Ansicht besteht aus einer Reihe standardmäßiger Benutzerelemente wie Menüs und Symbolleisten. Die voreingestellte Symbolleiste ermöglicht den schnellen Zugriff auf allgemeine Informationen zur Systemspezifikation wie Methoden und Sequenzen. Die Methoden- und Analysensteuerungsansicht enthält zusätzlich eine Systemstatuszeile, einen Probeninformationsbereich, der sowohl für einzelne als auch automatisierte Läufe festgelegt werden kann, sowie eine schematisch dargestellte Geräteschnittstelle für GC-, LC- und CE-Konfigurationen. Über diese schematische Benutzerschnittstelle können Sie sehr schnell auf die Geräteparameter zugreifen, wobei ein grafischer Überblick über den Status jeder Analyse gegeben wird. Sie können die schematisch dargestellte Geräteschnittstelle auch ausschalten, um Arbeitsspeicher und andere Windows-Ressourcen zu sparen.

Die Datenanalyse-Ansicht erweitert die Standardsymbolleiste um bestimmte Datenanalysenmodi wie Neuberechnung, erneute Verarbeitung, Integration, Kalibrierung, Reporterstellung, Anmerkungen, Signalvergleich und weitere

spezielle Modi, sofern die entsprechenden Module installiert sind. Jeder dieser einzelnen Datenanalysenmodi wird durch einen spezifischen Symbolsatz unterstützt.

Die Datenprüfungsansicht ist verfügbar, wenn die intelligente Reporterstellung für das Gerät ausgewählt wurde. In dieser Ansicht können Sie die Daten auf sehr flexible Art und Weise prüfen. Sie können eine beliebige Kombination aus Datendateien als Basis für die Prüfung auswählen und eine beliebige vorhandene Reportvorlage auf die ausgewählten Daten anwenden. Die ausgewählte Reportvorlage definiert die Art und Weise, in der die Daten angezeigt werden, und welche Art von Informationen der generierte Report enthält. Die Symbolleiste bietet Funktionen zum Drucken und Exportieren der generierten Reports.

Die Reportlayout-Ansicht ermöglicht Ihnen das Definieren des Layouts einer bestimmten Reportvorlage oder eines Reportstils. Auch diese Ansicht enthält eine Symbolleiste, die speziell für diese Aufgaben ausgelegt ist. Die Art von Reportvorlageneditor, die in dieser Ansicht angezeigt wird, hängt von der Art der für das Gerät konfigurierten Reporterstellung ab. Sie können entweder die klassische Reporterstellung oder die intelligente Reporterstellung verwenden (siehe “Reporterstellung” auf Seite 189).

Navigationsfenster

Das in allen ChemStation-Ansichten auf der linken Seite enthaltene Navigationsfenster beschleunigt den Zugriff auf viele wichtige ChemStation-Elemente und ermöglicht das schnelle Wechseln zwischen Ansichten. Das Navigationsfenster enthält die Baumstruktur des ChemStation-Explorers und einen konfigurierbaren Bereich für Schaltflächen. Es enthält außerdem eine Funktion zum automatischen Ausblenden von Elementen, sodass der ChemStation-Arbeitsbereich nicht eingeschränkt wird. Des Weiteren bietet es Standardfunktionen, z. B. zum Ändern der Größe und zum Neuanordnen der Navigationsschaltflächen.

Navigationsschaltflächen

Mithilfe der Navigationsschaltflächen können Sie zwischen den ChemStation-Ansichten wechseln. Der Bereich mit den Navigationsschaltflächen kann minimiert, erweitert und neu angeordnet werden.

ChemStation-Explorer

Der Inhalt der Navigationsfenster ist abhängig von der jeweiligen Ansicht. Für die Methoden- und Analysenlaufsteuerung, die Datenanalyse, die Datenprüfung und das Reportlayout können Sie im ChemStation-Explorer zu den unterschiedlichen ChemStation-Elementen navigieren. Standardmäßig basieren diese Elemente für Daten, Methoden und Sequenzen auf den Einstellungen des Konfigurationseditors. Neue Knoten für Methoden, Sequenzen und Datenspeicherorte können über die Option „Voreinstellungen“ im Menü „Ansicht“ erstellt werden.

Tabelle 4 Elemente im Navigationsfenster

Navigationsschaltflächen	Elemente im ChemStation-Explorer
Methoden- und Laufsteuerung	Sequenzvorlagen/Mustermethoden, Ergebnissatz-Methoden
Datenanalyse	Daten-/Mustermethoden, Ergebnissatz-Methoden
Datenprüfung	Daten-/Reportvorlagen
Reportlayout	Klassische Reporterstellung Mustermethoden Intelligente Reporterstellung: Reportvorlagen
Verifizierung (LC und LC/MS)	Verknüpfungen für die Ansicht „Verification“ (Verifizierung)
Diagnose (LC und LC/MS)	Verknüpfungen für die Ansicht „Diagnosis“ (Diagnose)
Optimierung (LC/MS)	Verknüpfungen für die Ansicht „Tune“ (Optimierung)

Datenerfassung

Der Status der Analysengeräte wird laufend verfolgt und auf dem Bildschirm zusammen mit der abgelaufenen Analysenzeit dargestellt, wenn ChemStation als sichtbares Fenster oder als Symbol ausgeführt wird. Alle Ereignisse aus einem Analysenlauf einschließlich aller Fehlermeldungen und der Bedingungen der Analysengeräte bei Start und Ende des Laufs werden in einem Logbuch des Systems abgelegt. Ein Auszug wird in jeder Datendatei gespeichert.

Gerätebedingungen wie Flussrate, Temperatur, Druck und die Lösungsmittelzusammensetzung von LC-Systemen können aufgezeichnet und in jeder Datendatei gespeichert werden. Diese Bedingungen können angezeigt und als Beleg der Analysenqualität ausgedruckt werden. Genaue Einzelheiten der gespeicherten Parameter hängen von der Methode und den Möglichkeiten des gewählten Analysengerätes ab.

Alle regulären Datenerfassungen, die Einzelproben sowie Sequenzanalysen umfassen, werden zuerst der Analysenwarteschlange zugefügt und danach von dort aus gestartet. Weitere Informationen siehe “Unterstützte Arbeitsabläufe” auf Seite 146.

Ein oder mehrere Darstellungsfenster können verwendet werden, um die vom Gerät erfassten Daten in einer Echtzeit-Anzeige zu überwachen. Die Daten werden in ihrer tatsächlichen Maßeinheit wie mAU, Volt, Grad oder bar angegeben. Jedes der Fenster kann mehrere übereinander gelegte Chromatogramme/Elektropherogramme oder Geräteparameter, z. B. den Druck, enthalten. Die Voreinstellungen der Anzeige können angepasst werden und werden vom System gespeichert, sodass der Anwender eine eigene bevorzugte Einstellung als Standardeinstellung für das Gerät festsetzen kann. Das Fenster ist zoomfähig, und mithilfe des Cursors kann der Wert für ein bestimmtes Signal zu jeder Zeit der Messung abgerufen werden.

Die gesamte Funktionalität von ChemStation kann auch während laufender Analysen durch eine Offline-Kopie genutzt werden. Während die Datenerfassung ausgeführt wird, ist die Datenanalyse der Online-Sitzung eines Geräts nicht verfügbar, und das Überprüfen der Daten muss in der Offline-Kopie ausgeführt werden.

Für Anwender, die mit der Datenanalyse beginnen möchten, bevor die Datenerfassung abgeschlossen ist, steht der Snapshot-Befehl zur Verfügung. Der Snapshot wird in die Offline-Kopie der Gerätesitzungen aufgenommen und ist für die Überprüfung sofort verfügbar.

Die Layouts der Signal- und Statusinformations-Fenster, einschließlich der Bestandteile der schematisch dargestellten Geräteschnittstelle, werden automatisch gespeichert.

Weitere Informationen zur Datenaufnahme entnehmen Sie bitte “Datenerfassung” auf Seite 69 und dem Online-Hilfesystem.

Datenanalyse

Datenanalyse – Optionen

Sie können Ihre Daten mit den folgenden Werkzeugen analysieren:

- *OpenLAB CDS ChemStation Edition*

  Die „klassische" Datenanalyse ist eine Funktion von ChemStation. Die nächsten Seiten geben einen Überblick. Weitere Einzelheiten finden Sie unter “Datenanalyse” auf Seite 154.

- *OpenLAB Data Analysis*

  Das neue und verbesserte Datenanalyse-Werkzeug kann von der OpenLab Systemsteuerung aus separat gestartet werden. Weitere Informationen zu OpenLAB Data Analysis finden Sie im Leitfaden *OpenLAB Data Analysis - Erste Schritte*. Gründe für den Einsatz von OpenLAB Data Analysis:

  - Die erste Version ist für die Anwendung im Bereich HPI/Chemie optimiert
  - Extrem schnelle Neuverarbeitung
  - Einfache Anwendung durch intuitives Design
  - Benutzerfreundliche Benutzeroberfläche mit vordefinierten Layouts für bestimmte Aufgaben
  - Erkennung von Anomalien auf einen Blick mit Peak Explorer
  - Integrationsrad zur manuellen Integration mit einem Klick

Datenanalyse – Anzeige

Die Datenanalyse-Ansicht von ChemStation erweitert die Standardsymbolleiste um aufgabenbezogene Datenanalysefunktionen wie Neuberechnung, Neuverarbeitung, Integration, Kalibrierung, Reportausgabe, Anmerkungen und Signalvergleich. Im Folgenden sind die wichtigsten Graphikfunktionen aufgeführt:

- Darstellungen im Einzel- oder Mehrsignalmodus, wählbar beim Laden des Chromatogramms/Elektropherogramms,
- Überlagern von Chromatogrammen/Elektropherogrammen verschiedener Proben,
- Subtraktion eines Chromatogramms/Elektropherogramms von einem anderen,
- graphische Justierung der Signale in vertikaler und horizontaler Richtung, um den visuellen Vergleich zu vereinfachen,

- Signalumkehr oder -spiegelung, um den visuellen Vergleich zu vereinfachen,
- Anzeigen von erweiterten Leistungseigenschaften für spezifische integrierte Peaks,
- graphische Funktionen zum Zoomen oder Verschieben,
- Anpassung der Anzeigeattribute, z. B. der Auswahl von Häkchen, Basislinien, Achsen, Retentions-/Migrationszeiten und Substanznamen (Sie können auch die Schriftart der Retentionszeit und der Substanznamen festlegen, die Größe und Ausrichtung der Anzeige anpassen, auswählen, ob die Anzeige überlagert oder getrennt erfolgen soll, und die Skalierungsfaktoren festlegen),
- die Darstellung des Chromatogramms/Elektropherogramms kann, je nach den Möglichkeiten des konfigurierten Geräts, auch mit Verläufen der Geräteparameter überlagert sein,
- Anmerkungen können vom Anwender definiert und in die Darstellung eingefügt werden, wobei die Schriftart und -größe sowie die Ausrichtung und Farbe wählbar sind (eine einmal definierte Anmerkung kann graphisch verschoben, editiert oder gelöscht werden),
- Kopieren der Darstellung in die Windows Zwischenablage als Metafile oder im Bitmap-Format,
- eine Funktion für die *Modusauswahl*, um die Werte einzelner Datenpunkte in Detektoreinheiten anzuzeigen, und
- Export von digitalisierten Werten in die Windows Zwischenablage.

Datenanalyse – Integration

Der ChemStation-Integrationsalgorithmus in seiner neuen zweiten Version optimiert Robustheit, Zuverlässigkeit und Anwenderfreundlichkeit.

Datenanalyse — Quantifizierung

Der Kalibriermodus der Datenanalyseansicht von ChemStation ermöglicht die gleichzeitige Darstellung folgender Informationen:

- der kalibrierten Signale mit Angabe des Retentions-/Migrationszeitfensters der aktuellen Substanz
- der Kalibriertabelle, deren Darstellung aus einer umfassenden Auswahl von Kalibrierparametern festgelegt werden kann
- der Kalibrierkurve für die zu bestimmende Substanz

Alle Fenster des Kalibriermodus sind miteinander verbunden, sodass Veränderungen, die in einem Fenster vorgenommen werden, automatisch auf alle anderen übertragen werden. Der Modus ermöglicht die graphische Auswahl und Veränderung der Kalibrierdaten.

Die Quantifizierung erfolgt als Berechnung von %-Werten, normierten %-Werten, bezüglich externem Standard, externen Standard %, internem Standard und internen Standard % für Peakfläche oder Peakhöhe. Sie kann mehrstufige Kalibrierungen und mehrfache Definitionen eines internen Standards umfassen. Veränderungen der Kalibrierung (Histories) werden automatisch gespeichert und zur Gewichtung von Berechnungen bei Rekalibrierungen verwendet.

Weitere Informationen zur Kalibrierung und Quantifizierung finden Sie unter "Kalibrierung" auf Seite 173.

Datenanalyse — Batchüberprüfung

In der Ansicht "Data Analysis" (Datenanalyse) sind die folgenden zwei zusätzlichen Toolsets verfügbar:

- Navigationstabelle
- Batchüberprüfung

Die Navigationstabelle ermöglicht mehrere grafische Vorgänge:

- Standardmäßige Funktionen zur Tabellenkonfiguration, z. B. Sortieren, Drag-and-Drop-Optionen, Spaltenauswahl oder Elementgruppierung, um eine bevorzugte Konfiguration für die Navigationstabelle festzulegen
- Rechtsklick-Funktionen zum Laden oder Überlagern von Signalen, Exportieren von Daten oder Drucken von Reports
- Überprüfung der Signaldetails durch Erweitern einer Zeile in der Navigationstabelle
- Überprüfen von Signalen und Erstellen von ChemStation-Reports mithilfe einer bestimmten Methode

In der Ansicht "Batchüberprüfung" sind die folgenden grafischen Vorgänge möglich:

- Definieren automatischer oder manueller Überprüfungen und erneutes Verarbeiten von (kalibrierten) Datendateien
- Rekalibrierung von Kalibriertabellen
- Überprüfung der Substanztabellen kalibrierter Methoden
- Erstellen spezifischer Batch-Reports

Datenanalyse — Neuberechnung

Die Funktionen im Neuberechnungsmodus ermöglichen Ihnen, schnell Ergebnisse oder Reports für einen beliebigen Teil der in der Navigationstabelle angezeigten Daten zu generieren. Sie können problemlos Ergebnisse für selbst zusammengestellte Datensätze generieren, unabhängig von den Sequenzen, in denen die Proben ursprünglich erfasst wurden. Sie können eine beliebige Methode für die Neuberechnung verwenden. Die verwendete Methode wird in einzelne Datendateien (DA.M) kopiert. Während der Neuberechnung wird keine Kalibrierung durchgeführt.

Datenanalyse — erneute Verarbeitung

Die Funktionen im Modus für die erneute Verarbeitung ermöglichen Ihnen die erneute Verarbeitung einer vollständigen Sequenz mithilfe der Methoden, die in der Sequenztabelle definiert sind, und mithilfe der Ergebnisse der Kalibrierproben zur Berechnung der Probenergebnisse.

Datenanalyse — letzte Ergebnisse

In diesem Modus wird für jeden Analysenlauf die Datendateimethode (DA.M) geladen. Eine DA.M ist eine exakte Kopie der Methode, die für die letzte Datenanalyse (während der Erfassung, erneuten Verarbeitung oder Neuberechnung) verwendet wurde. Im Letztes-Ergebnis-Modus können Sie die Ergebnisse der letzten Datenanalyse reproduzieren, selbst wenn die Sequenzmethode zwischenzeitlich geändert wurde.

Reporterstellung

Bei Agilent OpenLAB CDS können Sie für jedes Gerät die zu verwendende Art der Reportausgabe wählen:

- die *Klassische ChemStation-Reportausgabe*, die gegenüber der ChemStation B-Reportausgabe nicht verändert ist, oder die neuartige *Intelligente Reportausgabe*. Einzelheiten finden Sie unter “Klassische Reporterstellung” auf Seite 201.
- Die neue *Intelligente Reportausgabe*. Mit dieser Form der Reportausgabe können Sie...
  - Reportvorlagen mit Drag-und-Drop erstellen (WYSIWYG),
  - Reports in der neuen Ansicht **Review** durch einfaches Auswählen der Daten und der Reportvorlage erstellen,
  - „interaktive Reports" für die Datenanalyse verwenden und anhand definierter Suchkriterien relevante Informationen auswählen,
  - sequenzübergreifende Reports erstellen.

Weitere Einzelheiten finden Sie unter “Intelligente Reporterstellung” auf Seite 192.

Möglichkeiten und Kompatibilitäten

ChemStation kann Datendateien im Chromatographie-Format ANDI (Analytical Data Interchange) der Analytical Instrument Association (AIA), Version 1.0, Copyright 1992, importieren und exportieren. Der Datenimport wird auf Compliance-Ebene 1 (Proben- und Signaldaten) und der Datenexport auf Compliance-Ebene 2 (Proben- und Signaldaten sowie Integrationsergebnisse) unterstützt.

ChemStation enthält Befehle und Funktionen, mit denen der dynamische Datenaustausch (DDE) auf der Ebene von Microsoft Windows sowohl als DDE-Empfänger als auch als DDE-Verteiler durchgeführt werden kann. Die Befehlsreihe enthält Befehle zum Verbinden und Trennen, zum beidseitigen Austausch von Informationen sowie zum ferngesteuerten Ausführen von Funktionen.

Anpassung

Die ChemStation lässt sich mithilfe eines umfangreichen Befehlssatzes an die Anforderungen des Kunden anpassen. Die enthaltenen Befehle können zu automatischen Funktionen kombiniert werden. Eine solche Kombination von Befehlen heißt Makro. Anwender können zur Erstellung von Makros eigene Variablen definieren, Verzweigungen und Schleifen sowie Ein-/Ausgabeoperationen festlegen. Diese umfassen Dateioperationen, Interaktionen mit dem Anwender, eigene verschachtelte Makros sowie Datenabgleich und Austausch mit anderen MS-DOS- oder Windows-Applikationen.

Weitere Informationen zur Anpassung finden Sie in der Online-Referenz von ChemStation unter **Help > Commands**.

Automation

ChemStation kann Einzelproben und Multimethoden-Sequenzen planen und ausführen.

Im Parametersatz einer Sequenz kann die Verwendung automatisch erzeugter Dateien oder sequenziell nummerierter Dateien mit einem benutzerdefinierten Präfix von bis zu fünfzehn Zeichen eingestellt werden. Sie können Sequenzen, die nur eine erneute Datenauswertung durchführen, oder vollständige Analysen wählen. Außerdem haben Sie die Wahl zwischen einer Reihe von Abschlussbefehlen und einem benutzerdefinierten Abschlussmakro, das dann ausgeführt wird, wenn eine Sequenz durch eine Fehlerbedingung beendet wird oder alle Analysen abgeschlossen sind.

Die Sequenztabelle mit den auszuführenden Analysenläufen wird ähnlich wie bei einer Tabellenkalkulation erstellt. Hier können Nummern von Probenflaschen, Probennamen, Probentypen, Analysenmethoden, Parameter zur Quantifizierung von Proben, einschließlich Probenmenge, Multiplikator und Verdünnungsfaktor, Angaben zur Kalibrierung, Datenübergabeparameter LIMSID und Anzahl der Injektionswiederholungen festgelegt werden. Abhängig von den konfigurierten Geräten und Modulen sind weitere Felder verfügbar. Wenn z. B. ein Agilent LC-System der Serie 1100/1200 einen Fraktionssammler enthält, erscheint die Spalte **Fract. Start** in der Sequenztabelle. Das Erscheinungsbild der Sequenztabelle kann vom Anwender konfiguriert werden. Es ist möglich, zwischen den Zellen der Tabelle zu springen und dabei deren Inhalte oder ganze Reihen oder mehrere

ganze Reihen zu kopieren, auszuschneiden oder einzufügen. Damit können Sequenzen leicht und schnell erstellt werden.

Proben können in der Sequenztabelle als unbekannte Proben, Kalibrierproben, Blindproben oder Kontrollproben festgelegt werden. Der Probentyp bestimmt, ob die Probe einer speziellen Datenauswertung unterzogen wird:

- Unbekannte Proben werden entsprechend den Methodenspezifikationen ausgewertet und als Report abgelegt.
- Kalibrierproben werden zur Rekalibrierung der Quantifizierungskomponente der Methode verwendet wie unten beschrieben.
- Blindproben werden verwendet, um das Referenzsignal für spezifische Peaks auszuwerten, wie durch das europäische Arzneibuch festgelegt wird. Sie können das Signal/Rausch-Verhältnis in benutzerdefinierten Reports ausdrucken. Details zur Berechnung und den erforderlichen Datenfeldern finden Sie im Referenzhandbuch.
- Kontrollproben werden bezüglich der in der Methode festgelegten Grenzwerte für jede Komponente ausgewertet. Wenn die Ergebnisse außerhalb eines bestimmten Parameterbereichs liegen, wird die Sequenz angehalten.

Kalibrierproben können als einfach, zyklisch oder umschließend definiert werden. Einfache Rekalibrierung bedeutet, dass eine Rekalibrierung immer dann durchgeführt wird, wenn eine Kalibrierprobe in der Sequenz definiert ist. Zyklische Rekalibrierungen werden während einer Analysenserie mit unbekannten Proben in festgelegten Intervallen durchgeführt. Bei der umschließenden Rekalibrierung wird je ein Kalibrierstandard vor und nach einer Reihe unbekannter Proben gemessen. Zur quantitativen Auswertung der unbekannten Proben wird eine Kalibriertabelle aus den Mittelwerten der beiden Kalibrierungen verwendet.

Mit Hilfe der Funktion Sequenzvoransicht können Sie die Ausführungsreihenfolge der Sequenz sehen. Sobald sich die Sequenz in der Warteschlange befindet, zeigt die Sequenztabelle auch alle Proben für jeden Durchlauf an. Sie können einzelne Proben für einen erneuten Durchlauf oder eine erneute Auswertung auswählen. Bei der erneuten Auswertung bereits erfasster Daten können Sie wählen, ob für die Probenquantifizierung Originaldaten oder neue Einträge in der Probentabelle der Sequenz verwendet werden.

Sequenzen können angehalten werden, um Vorzugsproben als Einzelinjektionen mit einer anderen Methode zu analysieren. Danach kann die Sequenz ohne

Beeinflussung der Automation fortgesetzt werden. Proben können zu einer Sequenztabelle hinzugefügt werden, während die Sequenz ausgeführt wird.

Sowohl die Sequenztabelle als auch Teilsequenzen können ausgedruckt werden.

Weitere Informationen zu Sequenzen finden Sie unter "Automation/Sequenzen" auf Seite 77 und in der Online-Hilfe.

Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner

Mithilfe der Analysenwarteschlange können Sie automatisch mehrere Einzelproben oder Sequenzen nacheinander analysieren. Das erste zur Warteschlange hinzugefügte Element startet, wenn das Datensystem bereit ist, sofern es nicht von der Warteschlange aus in den Pausemodus versetzt wurde. Sie können Einzelproben, Sequenzen auf Basis von Easy Sequence Vorlagen, klassische ChemStation Sequenzen oder Pausen zu der Warteschlange hinzufügen. Auch jeder Befehl **Run Method** oder **Run Sequence** fügt der Analysenwarteschlange automatisch ein Element hinzu und startet dieses Element in der Warteschlange automatisch.

Mit dem Warteschlangenplaner können Sie eine Einzelproben- oder Sequenzfolge vorbereiten und den Plan im Dateisystem speichern. Um diese geplanten Proben und Sequenzen zu starten, müssen Sie den Plan nur öffnen und zur Analysenwarteschlange hinzufügen. Mit dieser Funktion können Sie zum Beispiel länger dauernde Aufgaben über Nacht oder am Wochenende starten.

Weitere Informationen siehe "Unterstützte Arbeitsabläufe" auf Seite 146.

Gute Laborpraxis

ChemStation wurde gemäß internationalen Richtlinien zu Entwicklung und Ausführung entwickelt und weist eine Reihe von Funktionen auf, die den Betrieb im geregelten Umfeld erleichtern. Diese Funktionen beziehen sich auf die umfassende Spezifikation und Überprüfung von Methoden hinsichtlich ihrer Eignung für den beabsichtigten Verwendungszweck sowie auf die Funktionskontrolle im System und stellen die Nachvollziehbarkeit, Herkunft und Qualität der Daten sicher.

Entwicklungsprozess

Ein zum Lieferumfang des Softwarepakets gehörendes Zertifikat zur Validierung dokumentiert die Schritte der Softwareentwicklung und Erprobung als Teil des Entwicklungsprozesses. Der Entwicklungsprozess wird gemäß dem ISO 9001-Qualitätsstandard dokumentiert.

Spezifikation und Anwendung von Methoden

- Globale Methoden: Alle Spezifikationen für Geräte und die Datenanalyse werden an einem Ort gespeichert. Methoden enthalten Spezifikationen zu den Substanzbereichen. Hierdurch wird sichergestellt, dass Mengenangaben nicht außerhalb des Kalibrierungsbereichs erfolgen.
- Das Logbuch über Änderungen der Methode ermöglicht es Anwendern einer validierten Methode, automatisch zu dokumentieren, wie und wann die Methode geändert wurde. Anwender können optional eine Begründung für die Änderung der Methode in das Logbuch eintragen. Das Logbuch wird automatisch als Teil der Methode im Binärformat abgelegt. Um einen unerlaubten Eingriff in die Dokumentationen zu verhindern, wird es entsprechend des Schemas zur Anmeldung eines Anwenders wie im Folgenden beschrieben geschützt. Jede Veränderung im Logbuch kann auf dem Bildschirm angezeigt und ausgedruckt werden.
- In jeder Methode können für eine Reihe von chromatographischen/ elektropherographischen Parametern und Systemleistungsparametern Grenzwerte auf der Basis einzelner Substanzen festgelegt werden. Eine genauere Beschreibung hierzu finden Sie im Abschnitt „Datenanalyse - Quantifizierung“. Ergebnisse, die diese Parameterbereiche überschreiten, werden dazu verwendet, die Durchführung automatischer Sequenzen - wie unter „Automatisierung“ beschrieben - zu kontrollieren. Sie werden im entsprechenden Analysenreport vermerkt.
- Reports zur Systemeignung und Systemleistung (siehe den Abschnitt zur Reporterstellung oben) liefern genaue Daten zur Trennleistung.

Sie können verschiedene Rollen und Rechte in OpenLAB Shared Services einrichten. Die vorkonfigurierten Rollen **ChemStation Administrator**, **ChemStation Lab Manager**, **ChemStation Analyst** und **ChemStation Operator** bieten eine Basis für die Rollen in Ihrer Umgebung.

Stabilität von Methoden

Zusammenfassende Reports von Sequenzen (vgl. “Klassische und intelligente Reporterstellung” auf Seite 191) bieten die Möglichkeit, Methoden auf ihre Stabilität zu testen. Bei der klassischen Reporterstellung werden erweiterte Reportformate mit vom Anwender zu definierenden Kriterien als Trendgrafiken ausgegeben und können zur Beurteilung der realistischen Betriebsgrenzen dienen. Bei der intelligenten Reporterstellung können Sie Ihre eigenen Vorlagen für Sequenzzusammenfassungsreports einschließlich Trendgrafiken mit Begrenzungslinien erstellen. Die Betriebsgrenzen können in eine Methode aufgenommen werden, wodurch zusammen mit Kontrollproben sichergestellt wird, dass die Methode innerhalb dieser Grenzen arbeitet.

Systembetrieb

Das Verification Kit der ChemStation ist Teil der Standardsoftware und überprüft automatisch auf korrekte Installation und Funktion der Datenanalyse der Software, indem bekannte Ergebnisse mit einer Testauswertung verglichen werden. Das Verification Kit ermöglicht die Definition eigener Datensätze und Methoden zur Durchführung des Tests.

Nachvollziehbarkeit, Herkunft und Qualität der Daten

Das Runtime-Logbuch bietet ein Transaktionsprotokoll für das komplette System. Es speichert alle unerwarteten Ereignisse (Fehler, Parameteränderungen während der Analyse) sowie die Gerätebedingungen vor und nach jeder Analyse. Eine Kopie des relevanten Logbuchauszugs wird mit jeder Datendatei gespeichert.

Die aktuellen Gerätebedingungen, z. B. Druck, Flussrate und Temperatur während einer Analyse werden ebenfalls gespeichert, falls das entsprechende Gerät dies unterstützt. Diese Daten können später mit dem Chromatogramm/Elektropherogramm grafisch dargestellt werden, um die Gerätebedingungen während dieser Analyse anzuzeigen und in den Report aufzunehmen.

Mit den Datendateien werden Kopien der verwendeten Methode gespeichert, womit eine vollständige Reproduzierbarkeit der Daten zu einem späteren Zeitpunkt möglich ist. Die Methode wird nach Abschluss aller analytischen Schritte gespeichert.

Standardmäßig sind alle Reports mit Zeitstempel und einer nachverfolgbaren Seitennummerierung (*Seite x von y*) versehen. Der Benutzer kann einen Reportumfang von der einfachen Übersicht bis hin zur Darstellung aller Systemdetails wählen.

GLP-Registerdateien, die als Teil einer Methode definiert werden, sichern alle Originaldaten mit Probeninformationen sowie die Datenanalysemethode, die chromatographischen/elektropherographischen Signale, die Gerätebedingungen, die Ergebnisse aus Integration und Quantifizierung, die Daten des Reports und das Logbuch des Analysenlaufs in einer Binärdatei mit Prüfsummenschutz. Dieses Binärformat kann nicht bearbeitet werden und garantiert daher die Echtheit der Ergebnisse. Die Datei enthält ein Revisionsschema, das anzeigt, ob die Daten erneut verarbeitet wurden.

In der Sequenztabelle können Kontrollprobentypen definiert und dazu verwendet werden, die Geräteleistung über einen Vergleich mit den Ergebnissen der Kontrollproben automatisch zu überprüfen, wenn das Gerät unbeobachtet läuft. Ergebnisse, die außerhalb eines vom Anwender festgelegten Akzeptanzbereichs liegen, führen zum Abbruch der automatischen Abarbeitung von Sequenzen durch das Gerät.

Datenstruktur von ChemStation

Ohne Erstellung eindeutiger Ordner

Diese Datenstruktur entspricht der Datenstruktur der ChemStation-Versionen B.01.03 und früher. Sequenzen, Methoden und die generierten Datendateien und Ergebnisse werden in festen, spezifizierten und separaten Speicherorten gespeichert. Methoden werden beispielsweise in einer Sequenz anhand des Namens referenziert, und es liegt in der Verantwortung des Benutzers, die Integrität der Methoden, Sequenzen und Datendateien sicherzustellen. Daher ist die Langzeitarchivierung von Daten und die Reproduktion von Ergebnissen sehr aufwändig. Die Benutzer müssen das Chromatogramm, die Ergebnisse und die zugehörige Methode dokumentieren, und zwar nicht nur in behördlich kontrollierten Labors, sondern auch in einigen Bereichen nicht behördlich kontrollierter Labors (z. B. Umweltlabors). Ohne die Erstellung von Ergebnissätzen lässt sich dies nur erzielen, indem alle Daten in Form eines Reports ausgedruckt werden.

Es kann jedoch vorkommen, dass Benutzer ihre Daten wie in ChemStation B.01.03 oder einer früheren Version speichern und ihre Arbeitsabläufe entsprechend ausrichten möchten:

- Bei der Methodenentwicklung kann es praktischer sein, nur eine Methode für die Erfassung und die Datenanalyse zu verwenden, damit Änderungen automatisch für zukünftige Erfassungen und die erneute Analyse der bereits erfassten Daten verfügbar sind.
- Bei für ältere ChemStation-Versionen erstellten individuellen Makrolösungen ist es ggf. erforderlich, dass die Daten, Methoden oder Sequenzen in der alten Datenorganisationsstruktur gespeichert werden.
- Wenn OpenLab CDS ChemStation Edition in einem Labor parallel mit ChemStation-Version B.01.03 oder einer früheren Version ausgeführt wird, ist es möglicherweise sinnvoller, auf allen Systemen dieselbe Datenorganisationsstruktur zu verwenden.

Mit Erstellung eindeutiger Ordner

Um die Verbindung zwischen Datendateien und Methoden zu verbessern, wurden Ergebnissätze (ehemals „Sequenzcontainer“) in die ChemStation B.02.01 eingeführt. Wenn ein zentrales Datenspeicherungssystem (*OpenLAB ECM* oder *OpenLAB Datenspeicher*) verwendet wird, wird der vollständige Ergebnissatz (Sequenz/Methoden/Datensätze/Reportvorlagen) als eine Entität an das zentrale Repository übertragen.

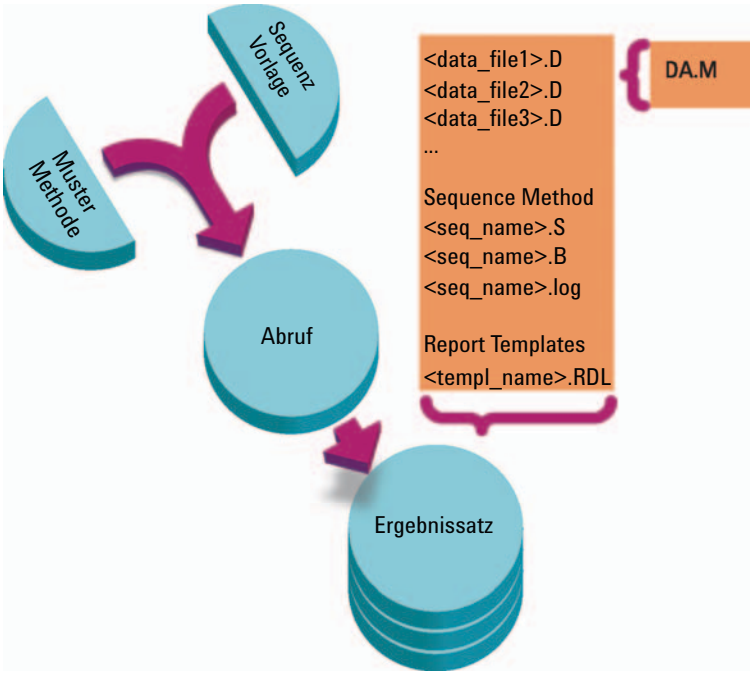


Abbildung 1 Sequenzerfassung mit aktivierter Erstellung eindeutiger Ordner

Die Methoden im Ordner Chem32\1\methods dienen als Mustermethoden. Sie werden während der Erfassung und Datenanalyse nicht verändert.

Genauso dienen die Sequenzen im Ordner Chem32\1\sequence als Sequenzvorlagen für die mehrfache Ausführung einer Sequenz (ohne erneute Verarbeitung).

Reportvorlagen im Ordner Chem32\repstyle dienen als Ausgangspunkt für die Entwicklung eigener Reportvorlagen.

Das Muster für die Datenspeicherung variiert abhängig davon, ob Daten für eine Einzelanalyse oder Sequenzdaten erfasst werden:

1 Bei der Ausführung einer Sequenz wird im angegebenen Unterverzeichnis automatisch ein neuer Ordner (**result set**) angelegt. Bei der Durchführung einer Einzelanalyse wird die Datendatei (*.d) in das angegebene Unterverzeichnis geschrieben.

2 Bei Sequenzdaten werden die ausgeführte Sequenzvorlage (*.s) und alle verwendeten Methoden (*.m) in den Ergebnissatz kopiert. Die Kopien der Methode werden als **sequence methods** bezeichnet, um sie von den ursprünglichen Mustermethoden zu unterscheiden. Wenn Sie das Intelligent Reporting verwenden, werden alle beteiligten Reportvorlagen (*.rdl) ebenfalls in den Ergebnissatz kopiert.

   Alle Aufgaben in Zusammenhang mit der Sequenz (z. B. Erfassung und Datenanalyse) werden mit den Kopien der Sequenz und der Methoden durchgeführt. Daher bleiben die Sequenzvorlage und die Mustermethoden für zukünftige Sequenzanalysen unverändert.

   Alle Änderungen, die während der Sequenzerfassung an der Sequenz vorgenommen werden, z. B. das Hinzufügen von Zeilen zur Sequenztabelle, erfolgen in der Kopie der Sequenzdatei im Ergebnissatz. Die Sequenzvorlage bleibt unverändert.

   Genauso werden alle Änderungen in der Methode, z. B. Aktualisierungen in der Kalibriertabelle bei Kalibrierläufen, in die Sequenzmethoden, nicht aber in die Mustermethoden übernommen.

   Bei der Analyse der Sequenz werden alle generierten Datendateien (*.d) gemeinsam mit der zugehörigen Batchdatei (*.b) und der Sequenz-Protokolldatei (*.log) im Sequenzdaten-Ordner gespeichert.

3 Jede Datendatei enthält eine Kopie der Methode, mit der der Analysenlauf erstellt wurde. Folgende Methodeninformationen werden gespeichert:

   - Die Erfassungsparameter werden in der Datei ACQ.TXT gespeichert, um die Original-Methodenparameter für jede spezifische Datendatei aufzubewahren. Die Parameter können über den Befehl **Method > View Method** angezeigt und gedruckt werden.
   - Die vollständige Methode einschließlich der Datenanalyseparameter wird nach der Datenanalyse in der Datei DA.M gespeichert.

Die Verwendung von Ergebnissätzen bietet zahlreiche Vorteile:

- Sequenzdaten werden nicht überschrieben. Für jede Sequenzerfassung werden die ermittelten Datendateien in einem eigenen Ergebnissatz mit eindeutigem Namen gespeichert.
- Bei dem Konzept mit den Ergebnissätzen werden die Daten mit allen für die Datenanalyse erforderlichen Informationen gespeichert: Kopien der Sequenzdatei, von allen Methoden, und bei aktiviertem Intelligent Reporting auch der Reportvorlage, die für die Sequenz verwendet wird. Die Sequenzmethoden können mit sequenzspezifischen Eingabewerten geändert werden und wirken sich nicht auf die ursprüngliche Mustermethode aus. Das Ergebnissatz-Konzept stärkt daher die Bedeutung einer Sequenz als Gruppe von Datendateien und Methoden, die zur Ergebnisermittlung zusammengefasst werden.
- Die Neuberechnung und die erneute Verarbeitung von Daten können in der Ansicht **Data Analysis** über die Navigationstabelle vorgenommen werden.
- Das Konzept des Ergebnissatzes bietet optimale Vorbedingungen für den Datenaustausch mit einem zentralen Datenspeicherungssystem.

Erstellung eindeutiger Ordner aktivieren bzw. deaktivieren

Um das Arbeiten mit dem Datenspeicherungskonzept aus älteren ChemStation-Versionen als B.02.01 zu ermöglichen, verfügt die Registerkarte **Sequence** des Dialogfelds **Preferences** über einen Bereich namens **Data Storage**. Hier können Sie zwischen **Unique Folder Creation ON** und **Unique Folder Creation OFF** wählen (siehe “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113). Standardmäßig ist **Unique Folder Creation ON** aktiviert. Mit **Unique Folder Creation ON** wird das im vorhergehenden Kapitel beschriebene Datenspeicherungskonzept aktiviert.

Secure Workstation

ChemStation Edition ist in einer normgerechten Ausführung verfügbar: Secure Workstation for OpenLAB CDS ChemStation Edition kombiniert ChemStation Workstation und Data Store auf einem PC.

In Erfüllung der Maßgaben von 21 CRF Part 11 ermöglicht Secure Workstation eine sichere Datenspeicherung und bietet verschiedene Audit Trails und Logbücher wie beispielsweise:

- Methoden-Audit Trail,
- Ergebnis-Audit Trail oder
- Sequenz-Audit Trail.

Weitere Informationen über die Secure Workstation for OpenLAB CDS ChemStation Edition finden Sie im *Benutzerhandbuch für Secure Workstation for OpenLAB CDS ChemStation Edition*.

2
Mit Methoden arbeiten

Was ist eine Methode? 43

Die Bestandteile einer Methode 44

Methodenarten 46

- Mustermethoden 46
- Sequenzmethoden 46
- Datendateimethoden 47

Erstellen von Methoden 48

Methoden bearbeiten 49

- Bearbeitbare Methodenbestandteile 50
- Methodenverzeichnisstruktur 51
- Methoden im Online-Modus bearbeiten 52
- Methoden im Offline-Modus bearbeiten 52

Verwalten von Methoden 53

- Methodenbaum im ChemStation-Explorer 53
- Anzeigen der Erfassungsmethode 54
- Aktualisieren von Datenanalyseparametern in der Mustermethode 56
- Methoden aktualisieren 57
- Methode als neue Mustermethode speichern 59

Was geschieht während der Ausführung einer Methode? 60

- Zusammenfassung des Methodenablaufs 61
- Befehl oder Makro vor dem Analysenlauf (Pre-Run) (Runtime-Checkliste) 63
- Datenerfassung (Runtime-Checkliste) 63
- Datenanalyse (Runtime-Checkliste) 64
- Angepasste Datenanalyse 66
- Speichern von GLP-Daten 66
- Befehl oder Makro nach dem Analysenlauf 66
- Speichern der Methode mit den Daten 67

Kopie der Methode als DA.M mit Daten speichern (ChemStation-Standardeinstellung) 67

Die Methode ist ein zentraler Bestandteil von ChemStation. In diesem Kapitel werden die Methodenkonzepte eingehend erläutert.

Was ist eine Methode?

Eine Methode besteht aus allen erforderlichen Parametern zur Datenerfassung und Datenanalyse. Hinzu kommen die für die jeweiligen Proben vor und nach dem Analysenlauf durchzuführenden Schritte (sofern erforderlich).

Die verfügbaren Methoden (*.m) werden im ChemStation-Explorer angezeigt. Zur schnellen und einfachen Navigation können Sie in der Strukturansicht im ChemStation-Explorer zusätzliche Speicherorte für Methoden hinzufügen. Diese geben Sie in der Registerkarte **Paths** des Dialogfelds **Preferences** ein.

Die Bestandteile einer Methode

Eine Methode hat einen Namen, der bis zu acht alphanumerische Zeichen enthalten kann. An der Dateinamenerweiterung .M kann man stets erkennen, dass es sich um eine Methode handelt. Methoden werden als Verzeichnisse gespeichert und enthalten bestimmte Dateien für die einzelnen Komponenten einer Methode.

Jede Methode besteht aus vier Komponenten:

- Methodeninformationen
- Gerätesteuerung
- Datenanalyse
- Runtime-Checkliste

Methodeninformationen

In diesem Abschnitt werden Informationen zur Methode gespeichert.

Gerätesteuerung

Hier werden Parameter zur Steuerung von Analysengeräten oder deren Komponenten festgelegt. Bei LC-Geräten dienen Parameter wie die Zusammensetzung der mobilen Phase, Flussrate, Injektionsvolumen, Wellenlänge des Detektors usw. zur Steuerung von Pumpe, Injektor und Detektor. Bei GC-Geräten steuern Parameter wie Einlasstemperatur, Einlassdruck, Flussrate auf gepackter Säule usw. das Analysengerät.

Datenanalyse

Hier werden Parameter zur Steuerung der Datenanalyse festgelegt.

- *Signaldetails*

  Hier werden Signale und ihre Eigenschaften für die Datenanalyse definiert.

- *Integrationsereignisse*

  Hier werden zeitgesteuerte Ereignisse definiert, die innerhalb eines Chromatogramms/Elektropherogramms zu bestimmten Retentions-/Migrationszeiten auftreten. Mithilfe dieser zeitgesteuerten Ereignisse kann die Art der Signalintegration geändert werden.

- *Peakidentifizierung*

  Hier werden Parameter definiert, die zur Peakerkennung in Chromatogrammen/Elektropherogrammen dienen.

- *Peakquantifizierung*

  Hier werden Datenverarbeitungsparameter definiert, die sich auf die Quantifizierungsberechnungen für die Menge oder Konzentration der zu den Peaks gehörenden Probenkomponenten auswirken.

- *Kalibrierung und Neukalibrierung*

  Hier werden Parameter für die Kalibrierung definiert, die festlegen, wie und wie oft eine Kalibrierung ausgeführt wird.

- *Benutzerdefinierte Felder*

  Definieren die Eigenschaften benutzerdefinierter Felder für Proben oder Substanzen, die für die Methode zur Verfügung stehen.
  Die benutzerdefinierten Felder ermöglichen Ihnen das Hinzufügen spezieller Informationen zu einer Probe oder zu einer Substanz in einer Probe.

- *Report*

  Classic Reporting: Hier wird das Format des Reports festgelegt, der nach einem Analysenlauf gedruckt wird.

  Intelligent Reporting: Hier wird die Reportvorlage angegeben, die zum Generieren des Reports nach einem Analysenlauf verwendet wird.

Runtime-Checkliste

Hier wird definiert, welcher Teil der Methode bei einem Analysenlauf ausgeführt wird.

Sie können die Runtime-Checkliste für folgende Funktionen verwenden:

- Erfassen, Speichern und Verarbeiten von Daten zum Erstellen eines Reports
- Ausführen von nur einem Methodenteil
- Erfassen und Speichern von Daten ohne Analyse
- erneute Analyse von Datendateien
- Einsatz eigener Makros zur Datenanalyse und Schritte vor und nach dem Analysenlauf
- Speichern der Analysenergebnisse in Registern für GLP-Zwecke

Methodenarten

Es gibt zwei verschiedene Methodenarten. Je nach Speicherort werden Methoden als Mustermethoden, als Referenz innerhalb des Ergebnissatzes einer Sequenz oder als tatsächlicher Datensatz der während der Datenerfassung verwendeten Einstellungen verwendet.

Mustermethoden

Dies sind Methoden, die auf der Festplatte des Computers gespeichert sind. Gespeicherte Methoden haben einen Namen, der bis zu vierzig alphanumerische Zeichen enthält und die Erweiterung „*.M“ hat. Die Verzeichnisse der Mustermethoden werden in den Voreinstellungen konfiguriert (siehe “Pfadauswahl” auf Seite 70).

Die Mustermethode wird in einem Unterverzeichnis für Methoden gespeichert, das im ChemStation-Explorer im Knoten „Methoden“ verfügbar und nicht direkt mit einem Ergebnissatz verknüpft ist.

Sequenzmethoden

Wenn eine Sequenz mit der Option **Unique Folder Creation ON** (siehe “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113) gestartet wird, werden Kopien aller in der Sequenz verwendeten Mustermethoden zusammen mit den Sequenzdatendateien im Ergebnissatz gespeichert. Diese Methoden sind direkt mit der Sequenz verknüpft und werden auch bei der erneuten Verarbeitung der Sequenz verwendet. Änderungen an diesen Methoden werden standardmäßig nicht automatisch an die Mustermethoden weitergegeben. Änderungen werden wirksam, sobald die Sequenzanalyse startet oder nach einer Pause fortgesetzt wird. Änderungen werden auch an die Datendateimethoden (DA.M) weitergeleitet, wenn die Sequenz erneut verarbeitet wird, sowie bei jeder Reportgenerierung.

Datendateimethoden

Eine Kopie der Datenanalyseparameter wird als Datendateimethode DA.M zusammen mit den Datendateien gespeichert. Die Datendateimethode DA.M wird nach jeder Ergebnisgenerierung (Datenerfassung, Neuberechnung oder Reportgenerierung) automatisch aktualisiert. Sie wird auch dann von ChemStation geladen, wenn Sie Ergebnisse im Letztes-Ergebnis-Modus neu berechnen (siehe “Letztes-Ergebnis-Modus” auf Seite 159).

Wenn Sie in der Runtime-Checkliste die Option **Save method with Data** gewählt haben, wird die Methode zusätzlich als run.m in der Datendatei gespeichert.

Im ChemStation-Explorer können Sie ganz einfach eine Mustermethode oder eine Sequenzmethode laden, indem Sie auf das Methodenelement doppelklicken.

Erstellen von Methoden

Das Erstellen einer neuen Methode bedeutet, die Mustermethode oder die Sequenzmethode zu ändern und die Änderungen zu speichern. Sie können entweder eine vorhandene Methode überschreiben oder eine Methode als neue Mustermethode speichern. Beachten Sie, dass nach der Änderung einer Methode die Version auf der Festplatte unverändert bleibt, bis die Änderungen gespeichert werden.

Die Art der Methodenerstellung ist frei wählbar. Sie können eine Methode erstellen, die entweder einen oder alle Teile einer Analyse steuert. Sie können also eine Methode zum Beispiel nur für die Datenerfassung erstellen. Wenn Sie zur Analyse der Daten und zum Generieren eines Reports bereit sind, können Sie die Methode so ändern, dass sie diese Datenverarbeitungsaufgaben durchführt.

HINWEIS Löschen Sie nicht die Standardmethode (DEF_LC.M, DEF_CE.M oder DEF_GC.M). Diese Methodendateien werden als Vorlage beim Erstellen neuer Methoden benötigt.

Methoden bearbeiten

Sie können eine vorhandene Methode bearbeiten, indem Sie den Menüpunkt „Gesamte Methode bearbeiten“ im Menü „Methode“ aufrufen. Sie werden durch alle Dialogfelder geleitet und können die Methode am Ende speichern. Dieser Ablauf wird im Folgenden verdeutlicht:

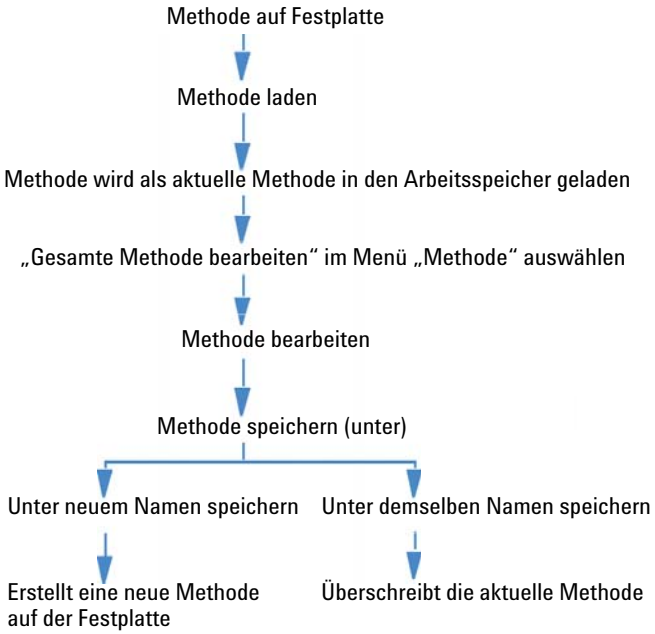

Methode auf Festplatte
Methode laden
Methode wird als aktuelle Methode in den Arbeitsspeicher geladen
„Gesamte Methode bearbeiten“ im Menü „Methode“ auswählen
Methode bearbeiten
Methode speichern (unter)
Unter neuem Namen speichern
Unter demselben Namen speichern
Erstellt eine neue Methode auf der Festplatte
Überschreibt die aktuelle Methode

Abbildung 2 Methodenbearbeitung

Bearbeitbare Methodenbestandteile

Jede Methode besteht aus vier Komponenten, die separat bearbeitet werden können:

Einige der folgenden Abschnitte beziehen sich auf bestimmte Dialogfelder, andere enthalten allgemeine Beschreibungen.

- Die *Methodeninformationen* bestehen aus:
  - Text zur Beschreibung einer Methode
- Die *Gerätesteuerung* hängt von der Konfiguration ab und kann beispielsweise Folgendes umfassen:
  - Ofenparameter
  - Injektorparameter
  - Detektorparameter
- Die *Datenanalyse* umfasst:
  - Signaldetails
  - Integrationsparameter
  - Quantifizierungsparameter
  - Kalibrierparameter
  - Startparameter für benutzerdefinierte Felder
  - Reporterstellungsparameter
- Die *Checkliste zur Ausführung eines Analysenlaufs* umfasst:
  - Bestandteile der Methode, die ausgeführt werden

Methodenverzeichnisstruktur

Ordner

Eine Methode besteht aus einer Gruppe von Dateien, die im Methodenverzeichnis (*.M) gespeichert werden.

Standardmäßig werden Mustermethoden unter Chem32\1\METHODS gespeichert. Über die Voreinstellungen können zusätzliche Pfade für Mustermethoden hinzugefügt werden. Sequenzmethoden werden im Ergebnissatz und Datendateimethoden werden als DA.M im Datendatei-Unterverzeichnis gespeichert.

Dateien

Methodendateien mit der Erweiterung .MTH enthalten die Parametersätze und liegen im UNICODE-Format vor. Die Datei INFO.MTH enthält die Steuerparameter der Methode.

Methodendateien mit Geräteparametern haben den Namen des zugehörigen Analysemoduls. Beispiel:

Tabelle 5 Beispiele für Methodendateien

HPCE1.MTH	Enthält die Erfassungsmethode für die Kapillarelektrophorese
ADC1.MTH	Enthält die Agilent 35900-Erfassungsmethode. Wenn zwei identische Geräte konfiguriert sind, heißen die Methodendateien „ADC1.MTH“ und „ADC2.MTH“.
DAMETHOD.REG	Für die Datenauswertung.
LALS1.REG	Besteht aus Parametern für den automatischen Probengeber der Agilent Serie 1100/1200, wenn ein klassisches modulares LC-System konfiguriert wird. Die Methodendateien für andere Agilent Module der Serie 1100/1200 folgen derselben Konvention: „lxxx1.reg“, wobei „xxx“ für das Modul steht.
AgilentSamplerDriver1.RapidControl.xxx.xml	Besteht aus Parametern für den Agilent Automatischen Probengeber der Serie 1100/1200, wenn ein modulares LC-System konfiguriert wird. Es sind mehrere .xml-Dateien für die verschiedenen Teile der Parameter vorhanden (werden durch den „xxx“-Teil des Dateinamens angegeben). Für die anderen Module sind ähnliche .xml-Dateien verfügbar.

Methoden im Online-Modus bearbeiten

Wenn eine Online-ChemStation im Leerlauf ist, können Sie alle Teile einer Sequenzmethode bearbeiten. Wenn gerade eine Sequenz ausgeführt wird, können Sie alle Erfassungsparameter sowie einige der Datenanalyseparameter, z. B. die Einstellungen unter „Specify Report“ (Report angeben), bearbeiten.

Die Änderungen werden gespeichert und wirken sich sofort auf den aktuellen Lauf sowie alle weiteren Sequenzzeilen aus, die dieselbe Methode enthalten. Dies bedeutet, Sie können die Methode auch während einer Sequenzpause oder einer Teilsequenz ändern.

Methoden im Offline-Modus bearbeiten

Sie können eine Sequenzmethode in einer Offline-ChemStation bearbeiten, während sie in einer Online-ChemStation für einen Analysenlauf verwendet wird. In diesem Szenario können Sie den Datenanalyseteil der Offline-Sitzung bearbeiten. Sobald Sie die Änderungen in der Offline-Sitzung gespeichert haben, werden die geänderten DA-Einstellungen für die nächste Datenanalyse der aktuellen Sequenz innerhalb der Online-Sitzung verwendet.

Methodenaktualisierungen bezüglich der Kalibrierung werden nicht berücksichtigt. Außerdem werden Verlaufsprotokolleinträge nicht zusammengeführt, d. h. wenn eine Methode in einer Online-Sitzung läuft und Sie die Methode in der Online- und Offline-Sitzung ändern, enthält der Audit Trail der Methode nur die Änderungen, die in der Offline-ChemStation vorgenommen wurden.

HINWEIS Wenn dieselbe Mustermethode in der Online- und Offline-ChemStation desselben Geräts geladen ist, können Sie die Methode nur in der Online-ChemStation bearbeiten.

Verwalten von Methoden

Methodenbaum im ChemStation-Explorer

Der Methodenbaum im ChemStation-Explorer ist in zwei Bereiche aufgeteilt. Im oberen Bereich sind die Methoden aufgeführt, die sich im aktuell geladenen Ergebnissatz befinden. Im unteren Bereich sind die Methoden in den Mustermethodenverzeichnissen aufgeführt, die Sie im Dialogfeld **Preferences** konfigurieren.

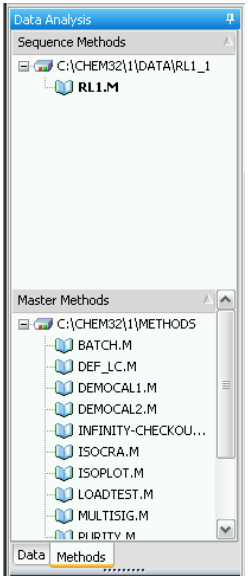


Abbildung 3 Methodennavigationsbaum

Die aktuell geladene Methode ist immer fett dargestellt.

Durch Ziehen und Ablegen können Sie Mustermethoden einfach in Sequenzmethoden kopieren. Es wird die gesamte Methode (DA-Parameter und ACQ-Parameter) in den Ergebnissatz kopiert.

Anzeigen der Erfassungsmethode

Sie können auf die Erfassungsmethodenansicht über das Menü **Instrument > Acquisition Method Viewer...** in der Ansicht **Method and Run Control** zugreifen. Die Erfassungsmethodenansicht ist für Online- und Offline-ChemStation-Sitzungen verfügbar.

Mit der Erfassungsmethodenansicht können Sie die in einer Methode gespeicherten Erfassungsparameter unabhängig von der aktuellen Gerätekonfiguration überprüfen. Das Dialogfeld zeigt die Gerätekonfiguration zu dem Zeitpunkt, an dem die Methode in ChemStation gespeichert wurde. Datenanalyseparameter sind in dieser Ansicht nicht zu sehen. In der Erfassungsmethodenansicht können Sie keine Änderungen an der geladenen ChemStation-Methode vornehmen.

Die Erfassungsmethodenansicht zeigt die Methodeneinstellungen im schreibgeschützten Modus. Sie bietet keine Möglichkeit, Methoden zu bearbeiten und zu speichern.

HINWEIS Dieses Dialogfeld zeigt nur die Methodeneinstellungen der Geräte oder Module mit RC.Net-Treibern. Methodeneinstellungen, die über klassische Treiber erhalten werden, sind nicht zu sehen.

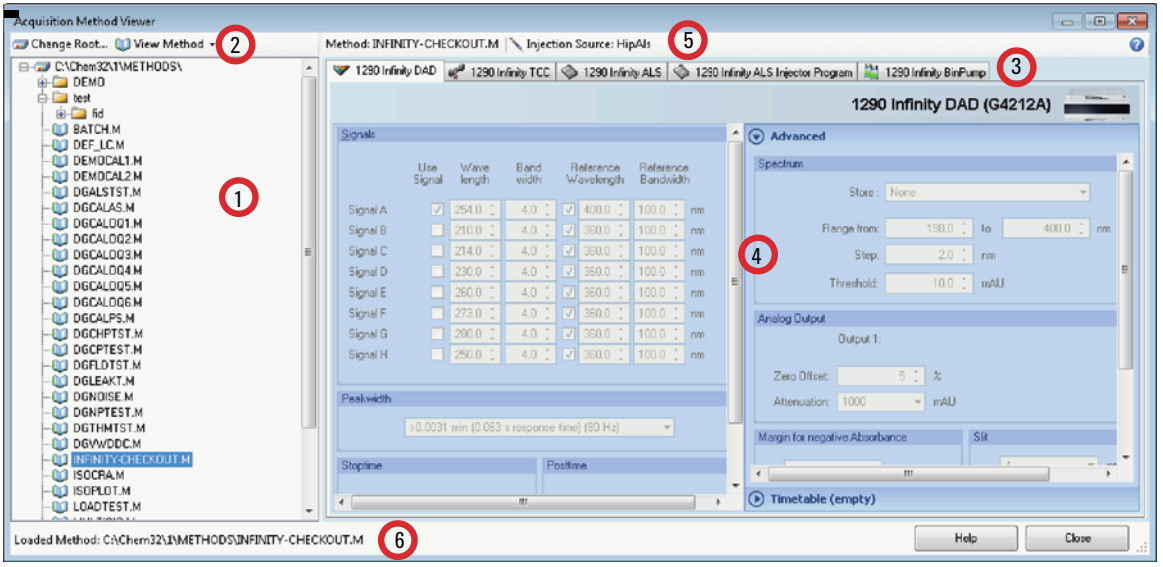


Abbildung 4 Dialogfeld **Acquisition Method Viewer**

1	Methoden-Browser
2	Symbolleiste
3	Modulregisterkarten (die Methoden- und Vorbehandlungseinstellungen für alle Module in der verwendeten Gerätekonfiguration sind auf Registerkarten dargestellt.)
4	Bereich der Methodenansicht
5	Methodenname, Information zur Injektionsquelle
6	Statusleiste

Im Methoden-Browser (1) wird standardmäßig der bevorzugte Methodenpfad angezeigt. Klicken Sie in der Symbolleiste auf **Change Root...**, um ein anderes Verzeichnis auszuwählen.

Die Symbolleiste (2) bietet unter dem Menü **View Method** die folgenden Optionen:

- **View with Original Configuration...**: Die Einstellungen werden so geladen, wie sie in der Methode für das ursprüngliche Gerät gespeichert sind.
- **View with Instrument Configuration...**: Die gespeicherte Methode wird auf die aktuelle Gerätekonfiguration angewendet. Diese Option ist nur für Online-Geräte verfügbar. Die gespeicherte Methode stimmt unter Umständen nicht mit den aktuellen Geräteeinstellungen überein. In einem solchen Fall werden die Einstellungen nach Möglichkeit automatisch angepasst, ansonsten können Sie auch auf **Resolve Settings** klicken und die Details im Dialogfeld **Method Resolution Info** überprüfen. In diesem Dialogfeld sehen Sie eine Liste der Unstimmigkeiten sowie die Unterschiede zwischen nicht-abgeglichener und abgeglichener Methode.

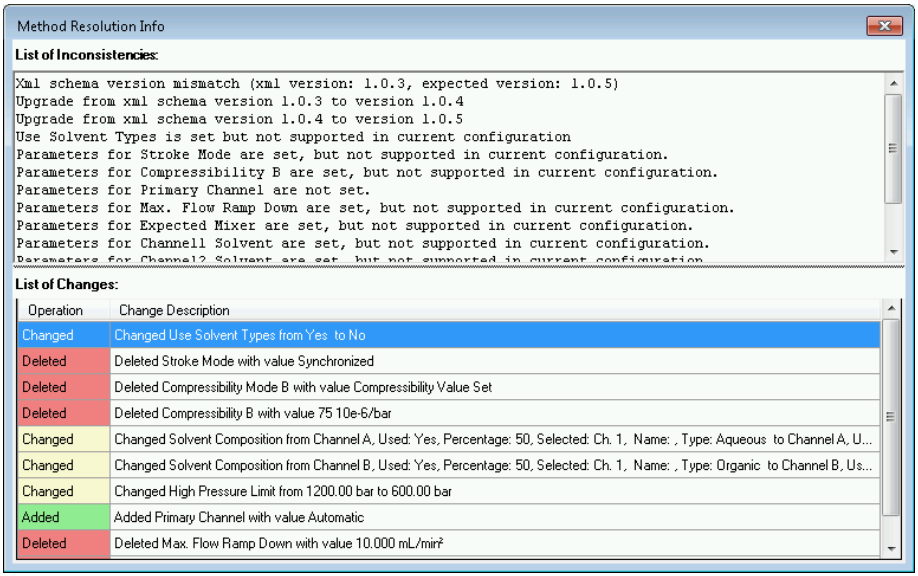

Method Resolution Info
List of Inconsistencies:
Xml schema version mismatch (xml version: 1.0.3, expected version: 1.0.5)
Upgrade from xml schema version 1.0.3 to version 1.0.4
Upgrade from xml schema version 1.0.4 to version 1.0.5
Use Solvent Types is set but not supported in current configuration
Parameters for Stroke Mode are set, but not supported in current configuration.
Parameters for Compressibility B are set, but not supported in current configuration.
Parameters for Primary Channel are not set.
Parameters for Max. Flow Ramp Down are set, but not supported in current configuration.
Parameters for Expected Mixer are set, but not supported in current configuration.
Parameters for Channel1 Solvent are set, but not supported in current configuration.
List of Changes:
Operation
Change Description
Changed
Changed Use Solvent Types from Yes to No
Deleted
Deleted Stroke Mode with value Synchronized
Deleted
Deleted Compressibility Mode B with value Compressibility Value Set
Deleted
Deleted Compressibility B with value 75 10e-6/bar
Changed
Changed Solvent Composition from Channel A, Used: Yes, Percentage: 50, Selected: Ch. 1, Name: , Type: Aqueous to Channel A, U...
Changed
Changed Solvent Composition from Channel B, Used: Yes, Percentage: 50, Selected: Ch. 1, Name: , Type: Organic to Channel B, Us...
Changed
Changed High Pressure Limit from 1200.00 bar to 600.00 bar
Added
Added Primary Channel with value Automatic
Deleted
Deleted Max. Flow Ramp Down with value 10.000 mL/min²

Abbildung 5 Dialogfeld **Method Resolution Info**

Aktualisieren von Datenanalyseparametern in der Mustermethode

Die Option **Update Master Method** ist im Menü **Method** und über das Kontextmenü der Sequenzmethode im ChemStation-Explorer verfügbar. Die Verfügbarkeit und genaue Funktionsweise dieser Option hängt vom aktuellen Modus ab. In allen Fällen aktualisiert diese Funktion jedoch die Datenanalyseparameter der Zielmethode.

HINWEIS Dabei ist zu beachten, dass diese Funktion *nur* die Datenanalyseparameter der Zielmethode aktualisiert und dass *alle* Datenanalyseparameter überschrieben werden.

Aktualisieren einer Mustermethode im Modus für die erneute Verarbeitung oder im Neuberechnungsmodus

In diesem Modus ist der Befehl **Update Master Method** nur für Sequenzmethoden eines Ergebnissatzes aktiv. Sie können die Mustermethode aktualisieren, auf die Sie beim Erstellen der Sequenz verwiesen haben. Die Vorbedingung hierfür ist, dass die Mustermethode noch im Mustermethodenverzeichnis vorhanden sein muss (die Mustermethode muss denselben Namen wie die Sequenzmethode haben).

Sie können die Sequenzparameter so konfigurieren, dass diese Funktion während jeder Sequenzerfassung oder erneuten Verarbeitung automatisch ausgeführt wird. Weitere Informationen finden Sie unter “Verwalten von Methoden” auf Seite 53.

Aktualisieren einer Mustermethode im Letztes-Ergebnis-Modus

In diesem Modus ist der Befehl **Update Master Method** sowohl für Sequenzen als auch für einzelne Proben aktiv. Sie können die aktuellen Datenanalyseparameter auf die Mustermethode übertragen, die zuletzt für die Datenanalyse verwendet wurde. Diese Methode wird in der Spalte **Analysis Method** der Navigationstabelle angezeigt.

Der Befehl ist unter den folgenden Bedingungen verfügbar:

- Die Methoden-Datei ist am angegebenen Speicherort vorhanden, d. h. Name und vollständiger Pfad müssen übereinstimmen.
- Für Sequenzen: Die Sequenzanalyse wurde mit einer Mustermethode manuell analysiert (nicht mit der Sequenzmethode).

Aktualisieren einer beliebigen Mustermethode im Letztes-Ergebnis-Modus

Im Letztes-Ergebnis-Modus können Sie die Datenanalyseparameter auf eine beliebige Mustermethode übertragen, unabhängig von der Mustermethode, die zu der aktuellen Sequenz- oder Einzelanalyse gehört. Um eine beliebige Mustermethode zu aktualisieren, gehen Sie zu**Menu > Update any Master Method ...**. Dann wählen Sie eine Methode im Dialogfeld **Choose Master Method to update**. Die Datenanalyseparameter werden daraufhin in die ausgewählte Mustermethode kopiert.

Methoden aktualisieren

Über das Dialogfeld **Update Methods** (siehe Abbildung unten) können Sie Methoden aus dem Mustermethodenverzeichnis in den Ergebnissatz kopieren und umgekehrt. In beiden Fällen wird die gesamte Methode kopiert, d. h. Datenanalyse- und Erfassungsparameter.

Sie können das Dialogfeld über das Menü **Method > Update Methods...** oder über das Kontextmenü der Sequenzmethode im ChemStation-Explorer öffnen. Die Funktion ist für Ergebnissätze im Neuberechnungsmodus und im Modus für die erneute Verarbeitung verfügbar.

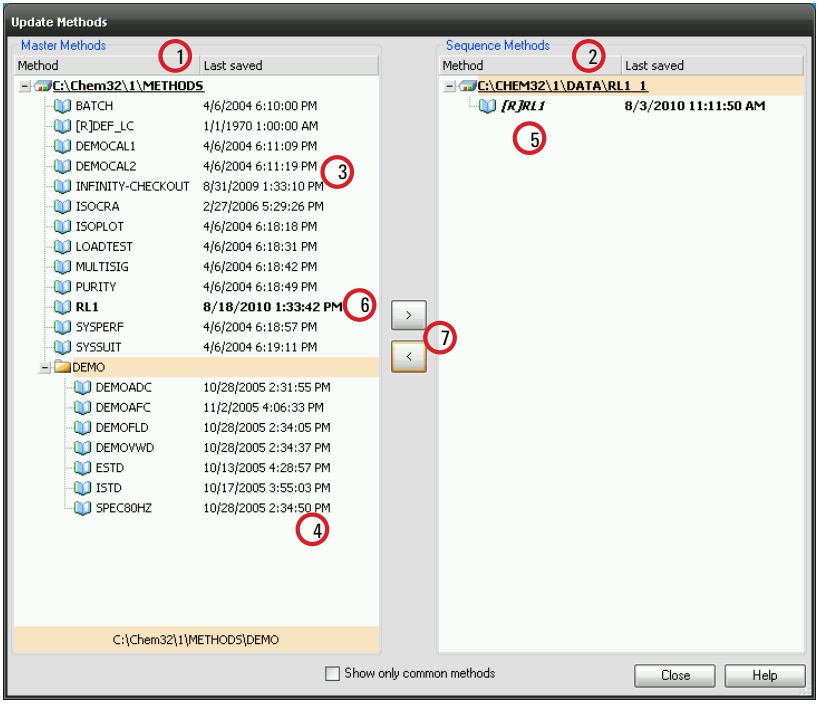


Abbildung 6 Dialogfeld **Update Methods**

1 Auf der linken Seite werden die Methoden in allen Mustermethodenverzeichnissen angezeigt (wie in den Voreinstellungen konfiguriert).

2 Auf der rechten Seite sehen Sie die Methoden im aktuell geladenen Ergebnissatz.

3 Zu jeder Methode wird das Datum angezeigt, an dem sie zuletzt gespeichert wurde. Die QuickInfo des Datums zeigt den letzten Logbuch-Eintrag der Methode.

4 Methoden können auch in Unterordnern des Mustermethodenverzeichnisses gespeichert werden.

5 Schreibgeschützte Methoden haben ein [R]-Präfix. Die aktuell geladene Sequenzmethode ist kursiv dargestellt.

6 Methoden, die sich sowohl im Sequenz-Ergebnissatz als auch im Mustermethoden-Pool befinden, sind fett dargestellt. Hierbei müssen nur die Namen der Methoden übereinstimmen. Wenn ein Methodenname in mehreren Pools vorhanden ist, gelten alle Instanzen als identisch.

7 Sie können Methoden zwischen einem Mustermethoden-Pool und dem Sequenz-Ergebnissatz durch Drag-and-Drop oder mithilfe der Schaltflächen **<** und **>** kopieren. Sie können keine schreibgeschützten Methoden überschreiben.

Methode als neue Mustermethode speichern

Sie können die Datenanalyseparameter der DA.M als neue Mustermethode speichern. Allerdings enthält die DA.M keine Erfassungsparameter. Um für die neue Mustermethode einen gültigen Satz von Erfassungsparametern bereitzustellen, müssen Sie daher eine andere Methode als Vorlage für die Erfassungsparameter auswählen (siehe folgende Abbildung). Dann enthält die neue Mustermethode die aktuellen Datenanalyseparameter aus der DA.M und die Erfassungsparameter aus der gewählten Vorlagemethode. Die neue Methode wird in dem Ordner erstellt, in dem die Vorlagemethode für die Erfassungsparameter gespeichert ist.

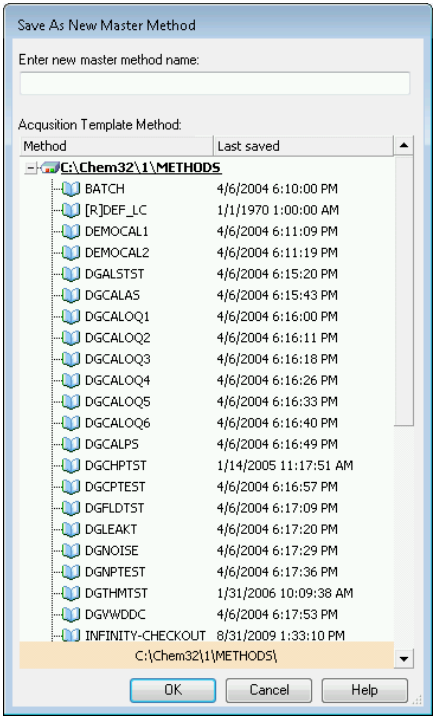


Abbildung 7 Dialogfeld **Save as New Master Method**

Was geschieht während der Ausführung einer Methode?

Im Dialogfeld **Run Time Checklist** wird festgelegt, welcher Teil einer Methode in einem Analysenlauf ausgeführt wird.

Die Runtime-Checkliste besteht aus acht Teilen:

- Befehl oder Makro vor dem Analysenlauf
- Datenerfassung
- Standarddatenanalyse
- Analysemethode für das zweite Datensignal (nur bei GC-Geräten)
- Angepasste Datenanalyse
- Speichern von GLP-Daten
- Befehl oder Makro nach dem Analysenlauf
- Kopie der Methode mit den Daten speichern (RUN.M)

Bei der Ausführung einer Methode werden die im Dialogfeld „RunTime Checklist“ (Runtime-Checkliste) spezifizierten Teile ausgeführt.

Zusammenfassung des Methodenablaufs

Die folgende Liste fasst den Ablauf der Methode zusammen, für den Fall, dass alle Teile der Runtime-Checkliste gewählt wurden.

1 *Befehl oder Makro vor dem Analysenlauf*

Führt eine Aufgabe aus, bevor der Analysenlauf gestartet wird.

2 *Datenerfassung*

Führt ein Injektorprogramm aus.

Injiziert die Probe.

Erfasst die Rohdaten.

Speichert diese Daten.

3 Speichert die Erfassungsparameter in der ACQ.TXT-Datei.

Optional, wie in der Runtime-Checkliste angegeben: *Kopie der Methode mit den Daten speichern* als RUN.M

4 *Datenanalyse (Datenverarbeitung)*

Lädt den Datensatz.

Integriert den Datensatz.

Identifiziert und quantifiziert Peaks.

Durchsucht, wenn möglich, Spektrenbibliotheken.

Überprüft, wenn möglich, die Peakreinheit.

Speichert eine Kopie der Methode (DA.M) und druckt den Report.

5 *Angepasste Datenanalyse*

Führt Ihre Makros aus.

6 *Speichern von GLP-Daten*

Speichert die binäre Registerdatei GLPSave.Reg

7 *Befehl oder Makro nach dem Analysenlauf*

Führt eine Aufgabe nach vollständigem Abschluss der Analyse durch. Zum Beispiel wird ein Report nach Benutzervorgaben ausgedruckt.

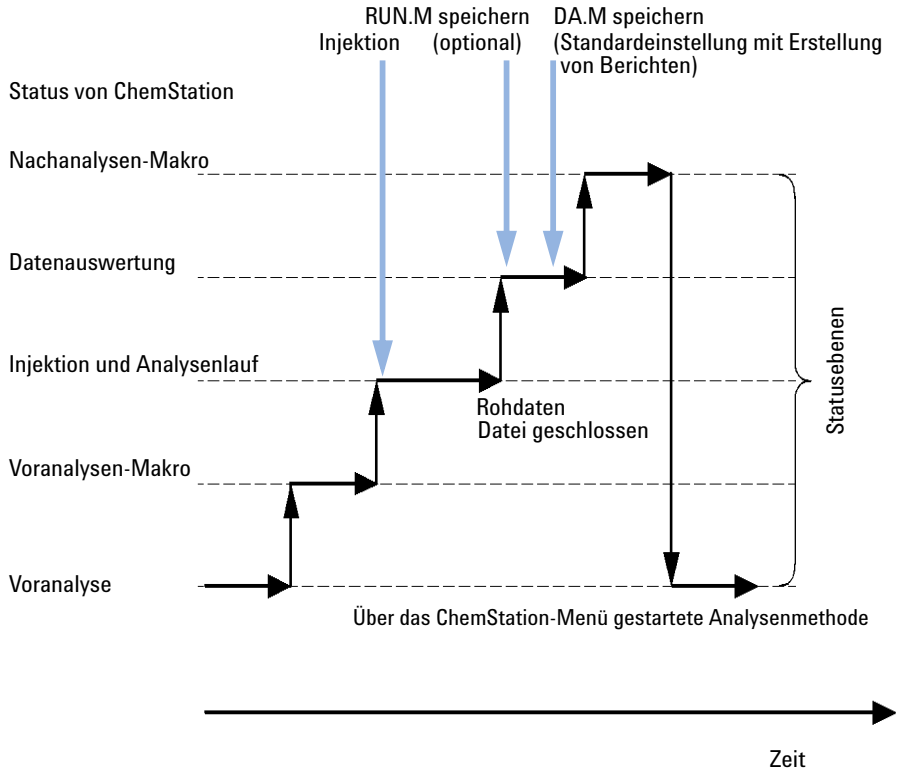


Abbildung 8 Ablauf einer Methode

Die Abbildung unten vermittelt einen Überblick über den Status von ChemStation während des Ablaufs einer Methode, wenn alle Bestandteile der Runtime-Checkliste gewählt wurden.

HINWEIS Im Modus „Erstellung eindeutiger Ordner AUS“ wird keine DA.M generiert. Weitere Informationen finden Sie unter “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113.

Befehl oder Makro vor dem Analysenlauf (Pre-Run) (Runtime-Checkliste)

Wenn ein Makro oder ein Befehl zur Ausführung vor dem Analysenlauf angegeben wird, erfolgt die Ausführung vor dem Start der Analyse. Dieser Teil dient normalerweise der Systemanpassung in Verbindung mit anderen Softwarepaketen.

Datenerfassung (Runtime-Checkliste)

- Alle Parameter werden auf die Anfangsbedingungen gesetzt, die in der aktuellen Methode angegeben sind.
- Wenn angegeben, wird ein Injektionsprogramm ausgeführt, und es erfolgt eine Injektion aus dem aktuell definierten Probenfläschchen.
- Auf dem Bildschirm wird der Verlauf der Analyse zusammen mit chromatographischen/elektropherographischen Informationen sowie gegebenenfalls den Spektren dargestellt.
- Daten werden erfasst und in einer Datei gespeichert.
- Nach Abschluss der Datenerfassung werden standardmäßig die Erfassungsparameter der aktuell ausgeführten Methode als ACQ.txt für die Datendatei gespeichert.

Datenanalyse (Runtime-Checkliste)

Bei Erreichen der Stopzeit wird der Analysenlauf beendet und alle Rohdaten werden auf der Festplatte des Computers gespeichert. Der Datenanalyseteil der Software beginnt, wenn alle Rohdaten gespeichert wurden.

Integration

- chromatographische/elektropherographische Objekte im Signal werden so integriert wie im Dialogfeld „Integration Events“ (Integrationsereignisse) festgelegt.
- Peakstart, Peakmaximum, Retentions- bzw. Migrationszeit sowie das Peakende werden ermittelt.
- Unter jedem Peak wird der Verlauf der Basislinie zur Bestimmung von Peakfläche und Peakhöhe definiert.
- Die Integrationsergebnisse (Integration Results) werden als Liste dargestellt.

Peakidentifizierung und Quantifizierung

- Mit den Retentions- bzw. Migrationszeiten und optionalen Peakqualifiern identifiziert die Software die Peaks durch Vergleich mit bekannten Stoffen, deren Daten in der Kalibriertabelle (Calibration Table) enthalten sind.
- Mit den Peakhöhen oder Peakflächen berechnet die Software die gefundene Menge jeder integrierten Substanz durch die Verwendung der Kalibrierparameter aus der Kalibriertabelle.

Suche in Spektrenbibliotheken (nur für LC-3D-, CE-, CE/MS- und LC/MS-Systeme, verfügbar bei der klassischen Reporterstellung)

Für alle Peaks mit gemessenen UV/VIS-Spektren kann eine automatische Suche in vorgegebenen Spektrenbibliotheken erfolgen, um die Komponenten in der Probe zu identifizieren. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Buch *Installation und Funktion des Spektrenmoduls*.

Überprüfen der Peakreinheit (nur für LC-3D-, CE-, CE/MS- und LC/MS-Systeme)

Für Peaks mit vorhandenen UV/VIS-Spektren kann ein Reinheitsfaktor errechnet und in einem Register gespeichert werden. Die Peakreinheit kann auch automatisch am Ende eines Analysenlaufs als Teil einer Methode ermittelt werden. Hierzu muss das Ankreuzkästchen Check Purity aktiviert werden, wenn die automatische Bibliothekssuche oder eine geeignete Reportvorlage gewählt wird. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Buch *Installation und Funktion des Spektrenmoduls*.

Ausdruck eines Reports

Ein Report mit qualitativen und quantitativen Ergebnissen des Analysenlaufs wird erzeugt.

Angepasste Datenanalyse

Die angepasste Datenanalyse ermöglicht Ihnen die Ausführung spezieller Makros zur Auswertung Ihrer analytischen Daten.

Speichern von GLP-Daten

Das Binärregister GLPSave.Reg wird zusammen mit der Datenanalysemethode im Standardverzeichnis der Datensätze gespeichert. Dies dient zur Sicherung von Datenqualität und Datenherkunft.

Die binäre Registerdatei GLPSave.Reg enthält folgende Informationen in einem Format, das nicht editiert werden kann und durch eine Prüfsumme geschützt ist:

- die wichtigsten Eingabeparameter des Analysengerätes (können grafisch betrachtet werden)
- chromatographische oder elektrophoretische Signale
- Integrationsergebnisse
- Quantifizierungsergebnisse
- Datenanalysemethode
- Logbuch

Diese Daten werden nur gespeichert, wenn die Option „GLP-Daten speichern“ durch Aktivieren des Kontrollkästchens in der Runtime-Checkliste gewählt wurde. Sie können diese Daten über das Datenanalysemenü von ChemStation einsehen, aber nicht verändern.

Befehl oder Makro nach dem Analysenlauf

Falls ein Befehl oder ein Makro zur Ausführung nach dem Analysenlauf gewählt wurde, erfolgt die Ausführung, zum Beispiel das Anfertigen einer Sicherungskopie der Daten auf Diskette, nach der Datenauswertung.

Speichern der Methode mit den Daten

Dies erfolgt nach der Datenerfassung nur, wenn in der Runtime-Checkliste **Save method with Data** aktiviert wurde. Die Funktion kopiert die für die Erfassung verwendete Methode in das Datenverzeichnis namens RUN.M. RUN.M enthält DA- und ACQ-Parameter. Es ist schreibgeschützt und bietet Ihnen daher die Möglichkeit, die Analyse zu einem späteren Zeitpunkt zu rekonstruieren, falls die Methode zwischenzeitlich geändert wurde. Dies ist hilfreich für eine Optimierung der Analyse, da Sie überprüfen können, wie sich die veränderte Methode oder die ausgewählten Parameter auf die Analyse auswirken.

Kopie der Methode als DA.M mit Daten speichern (ChemStation-Standardeinstellung)

Unabhängig von den markierten Elementen in der Runtime-Checkliste wird eine Kopie der Datenanalyseparameter der ausgeführten Methode gemeinsam mit dem Report als DA.M in der Datendatei gespeichert. Dies erfolgt am Ende der *Standarddatenanalyse* und auch, wenn Sie einen Report in der Datenanalyseansicht erstellen.

3 Datenerfassung

Was ist Datenerfassung? 70
Online-Monitore 72
Online-Monitor für Signale 72
Online-Monitor für Spektren 72
Logbuch 73
Statusinformationen 74
Statusanzeige der ChemStation 74
Statuszeile 74
Systemübersicht 75
Regeln und Warnmeldungen 76

Dieses Kapitel bietet eine Einführung in den Prozess der Datenerfassung.

Was ist Datenerfassung?

Während der Datenerfassung werden alle analogen Signale im Analysengerät in digitale Signale konvertiert. Das digitale Signal wird elektronisch an die ChemStation übertragen und in der Signaldatendatei gespeichert.

Pfadauswahl

Beginnend mit ChemStation B.02.01 können Sie dank der flexiblen Speicherung der Daten von Einzelanalysen und Sequenzen verschiedene Speicherorte angeben, ohne eine Neukonfiguration durchführen zu müssen. Auf der Registerkarte **Paths** des Dialogfelds **Preferences** im Menü **View** können Sie zusätzlich zum Standardpfad C:\chem32\x\DATA (entspricht der Gerätenummer) weitere Pfade angeben. Mit den Schaltflächen **Add** und **Remove** lassen sich vorhandene Pfade einfach löschen und Sie können Sie zum gewünschten Speicherort wechseln und den Pfad zu diesem Speicherort in den **Preferences** speichern. Der Standardpfad kann nicht aus der Liste gelöscht werden, aber er lässt sich mit dem **Configuration Editor** ändern.

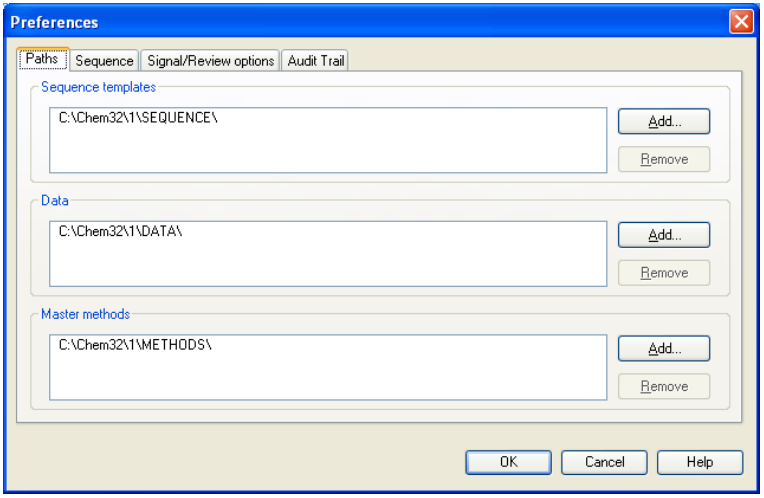


Abbildung 9 Registerkarte **Paths** im Dialogfeld **Preferences**

Alle neu angegebenen Datenpfade können dann bei weiteren Analysen in den Dialogfeldern **Sample Info** und **Sequence Parameters** ausgewählt werden.

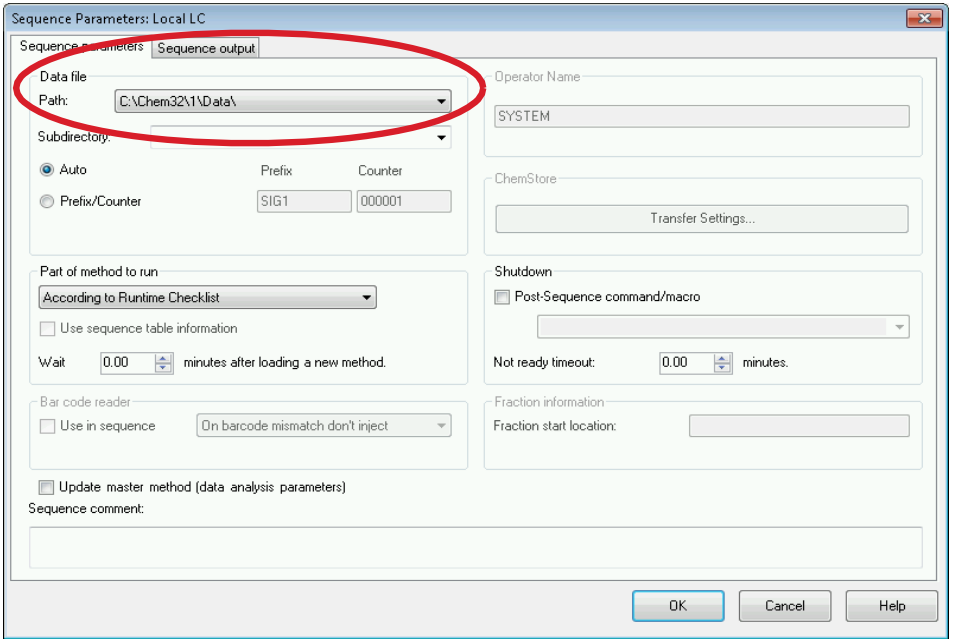


Abbildung 10 Datenpfadauswahl im Dialogfeld **Sequence Parameters**

Online-Monitore

Es gibt zwei verschiedene Online-Monitore: Einen Online-Monitor für das Signal und einen weiteren für Spektren.

Online-Monitor für Signale

Der Online-Monitor für Signale ermöglicht es Ihnen, mehrere Signale und, sofern dies vom angeschlossenen Instrument unterstützt wird, eine grafische Darstellung der Instrumentenleistung, im selben Fenster darzustellen. Sie können bequem die gewünschten Signale auswählen, um die Zeit- und Absorptionsachse zu formatieren. Für Detektoren, die diese Funktion unterstützen, gibt es eine Ausgleichschaltfläche.

Wenn Sie den Cursor in der Anzeige bewegen, können Sie den absoluten Signalresponse in der Meldungszeile ablesen.

Online-Monitor für Spektren

Der Online-Monitor zeigt eine Auftragung der Absorption als Funktion der Wellenlänge. Sie können sowohl den angezeigten Wellenlängenbereich als auch die Absorptionsskala einstellen.

Logbuch

Das Logbuch zeigt Meldungen an, die vom analytischen System erzeugt wurden. Diese Meldungen können Fehlermeldungen, Systemmeldungen oder Ereignismeldungen aus einem Modul sein. Im Logbuch werden diese Ereignisse unabhängig davon eingetragen, ob die Meldungen auch auf dem Bildschirm angezeigt werden. Weitere Informationen zu einem Ereignis erhalten Sie, wenn Sie auf die entsprechende Zeile doppelklicken, um den entsprechenden Hilfetext anzuzeigen.

Statusinformationen

Statusanzeige der ChemStation

Das Statusfenster der ChemStation zeigt eine Statusübersicht der ChemStation-Software.

Wenn eine einzige Analyse läuft, zeigt sie Folgendes an:

- In der ersten Zeile des Statusfensters der ChemStation wird "Run in Progress" (Analyse läuft) angezeigt.
- In der zweiten Zeile des Statusfensters der ChemStation wird der aktuelle Status der Methode angezeigt.
- In der dritten Zeile wird der Name der Rohdatendatei zusammen mit der aktuellen Laufzeit in Minuten angezeigt (bei einem GC-Instrument werden auch Dateien für den vorderen und den hinteren Injektor angezeigt).

Das Fenster für den Instrumentenstatus bietet Informationen zu den Instrumentenmodulen und Detektoren. Sie zeigen den Status der einzelnen Komponenten und, je nach System, die aktuellen Bedingungen, z. B. Druck, Gradient oder Fluss, an.

Statuszeile

Die grafische Benutzeroberfläche des ChemStation-Systems enthält Symbolleisten und eine Statusleiste in der Methoden- und Laufsteuerungsansicht von ChemStation. Die Statusleiste enthält den Systemstatus und Informationen über die aktuelle Methode und Sequenz. Wenn diese nach dem Laden geändert wurden, sind sie mit einem gelben Zahnrad markiert. Bei einem LC-Modul der Agilent-Serie 1100/1200 macht ein gelbes EMF-Symbol den Anwender darauf aufmerksam, wenn Haltbarkeitsgrenzen von Verbrauchsmaterialien (z. B. der Lampe) überschritten wurden.

Systemübersicht

Sie können für Ihr ChemStation-System ein grafisches Systemdiagramm aufrufen, wenn dies vom konfigurierten Analysegerät (z. B. von den LC-Modulen der Agilent Infinity-Serie 1200 oder den GC-Systemen der Agilent-Serie 6890) unterstützt wird. Dies ermöglicht es Ihnen, den Systemstatus mit einem Blick zu überprüfen. Wählen Sie den Befehl „System Diagram“ (Systemdiagramm) aus dem Ansichtsmenü der Ansicht „Method und Run Control“ (Methoden- und Laufsteuerung), um die Übersicht aufzurufen. Sie ist eine grafische Darstellung Ihres ChemStation-Systems. Jeder Bestandteil wird durch ein Symbol repräsentiert. Unter Verwendung des folgenden Farbcodes wird der aktuelle Status angezeigt.

Tabelle 6 Verwendete Farben zur Statusanzeige des Moduls oder Geräts

Farbe	Status
dunkelgrau	offline
hellgrau	Standby (z. B. Lampen aus)
blaugrün	GC-Standby
gelb	nicht bereit
grün	bereit
lila	Pre-Run, Post-Run
blau	in Funktion
rot	Fehler

Zusätzlich können Sie Auflistungen über die aktuellen Einstellungen der Parameter aufrufen. Abgesehen von der Statusübersicht ermöglicht die Darstellung einen schnellen Zugriff auf die Dialogfelder der Parametereinstellungen für jede Komponente des Systems.

Weitere Informationen zum Systemdiagramm finden Sie im Instrumentenabschnitt der Online-Hilfe.

Regeln und Warnmeldungen

Für Gerätetreiber, die diese Funktion unterstützen (z. B. GC 7890A) können Sie **Instrument > Manage Rules and Alerts...** wählen, um zu konfigurieren, wie ChemStation auf bestimmte Ereignisse während der Erfassung reagiert.

Eine fehlende Probenflasche oder ein fehlendes Gefäß ist beispielsweise ein häufiger Fehler in der Chromatographie. In einem solchen Fall kann ChemStation eine Sequenz z. B. fortsetzen, anhalten, stoppen oder abbrechen.

HINWEIS Die berücksichtigten Ereignisse und die möglichen Reaktionen hängen vom Gerätetreiber ab.

4
Automation/Sequenzen

Was ist Automatisierung? 79

Was sind Sequenzen und Sequenzvorlagen? 80

Sequenzparameter 81

Grafische Probeneingabe 82

Sequenztabelle 85

- Erstellen von Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen) 86

Easy Sequence 91

- Überblick 91
- Registerkarte Easy Sequence verwenden (Sequenz) 92
- Registerkarte Easy Sequence Setup verwenden (Vorlage) 95

Arbeiten mit Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen) 97

- Datenerfassung in einer Sequenz 97
- Datenerfassung bei Einzelanalysen 99
- Automatische Aktualisierung von Mustermethoden 100
- Vorrangsproben 101
- Durchführung von Sequenzen mit Kontrollproben 101
- Sequenzieren mit Referenzleerproben 101
- Ausführen einer Sequenz 102
- Pausieren einer Sequenz 104
- Stoppen einer Sequenz 104
- Abbrechen einer Sequenz 104
- Ausführen einer Teilsequenz 104
- Erstellen eines selbst zusammengestellten Ergebnissatzes 108

Logbuchdatei einer Sequenz 110

Was geschieht während der Ausführung einer Sequenz? 111

Struktur der Sequenzdatendatei 113
Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz 113
Datendateistruktur bei aktivierter Erstellung eindeutiger Ordner 118
Vergabe von Dateinamen in einer Sequenz 119
Automatische Vergabe von Dateinamen in einer Sequenz 120
Manuelle Vergabe von Dateinamen 121
Migration von Ergebnissätzen 122
Vorgänge nach der Sequenz 124
Nicht-bereit-Zeitlimit (nur bei LC und CE) 124
Wartezeit (nur bei LC und CE) 124
Automatische Rekalibrierung 125
Spezifizieren von Neukalibrierungen 126
Rekalibrierungsparameter in der Sequenztabelle 126
Sequenztypen 129
Explizite Kalibriersequenzen 129
Zyklische einstufige Kalibriersequenzen 130
Zyklische Kalibriersequenzen für mehrstufige Kalibrierung 130
Kombination aus expliziter und zyklischer Kalibrierung 134
Umschließende zyklische Kalibrierungssequenzen 136
Sequenzen für die zyklische Neukalibrierung mit mehreren Probenflaschen, die dieselbe Standardverdünnung enthalten 140

Dieses Kapitel beschreibt die Konzepte der Automation. Erläutert wird die Arbeit mit Sequenzen in ChemStation, was beim Ablauf einer Sequenz geschieht und wie Sequenzen an spezifische Anforderungen angepasst werden können.

Was ist Automatisierung?

Unter Automatisierung versteht man die unbeaufsichtigte Ausführung mehrerer Analysen.

Der Sequenzteil der ChemStation Software ermöglicht Ihnen die automatische Datenerfassung, Datenauswertung und Reporterstellung.

Was sind Sequenzen und Sequenzvorlagen?

Eine Sequenz ist eine Folge von Anweisungen zur Automatisierung der Analyse von Proben. Mit einer Sequenz können Proben automatisch injiziert und die Daten gemäß der für die Proben angegebenen Methoden erfasst und analysiert werden. Jede Probe in einer Sequenz kann mit einer anderen analytischen Methode analysiert werden, was unterschiedliche chromatographische/elektropherographische Bedingungen und Berechnungsparameter ermöglicht.

In der ChemStation stehen Ihnen zwei Datenspeicherungsmodi zur Verfügung, sodass Sie den Modus wählen können, der für Ihre Arbeitsabläufe am besten geeignet ist. Diese Modi wirken sich auf die Sequenznutzung aus:

- **Unique Folder Creation** EIN
- **Unique Folder Creation** AUS

Bei aktivierter **Unique Folder Creation** zur Gewährleistung der Konsistenz der Probendaten werden Sequenzen als „Sequenzvorlagen“ genutzt, mit denen sich die Erfassung mehrfach durchführen lässt. Diese Vorlagen werde jedoch nicht zur erneuten Verarbeitung in der **Data Analysis** verwendet. Beim Ausführen einer Sequenzvorlage wird ein Ergebnissatz für die Sequenzdaten erstellt, der sämtliche zugehörigen Dateien enthält. Bei jeder Wiederverwendung der Sequenzvorlage wird ein neuer Ergebnissatz erstellt.

Bei deaktivierter **Unique Folder Creation** werden alle Daten im selben Verzeichnis gespeichert. Die Sequenzdateien (*.s) werden nicht als Sequenzvorlagen verwendet. Bei der erneuten Ausführung einer Sequenz werden vorhandene Daten überschrieben, wenn der Benutzer das Datenverzeichnis nicht ändert.

Die verfügbaren Sequenzen/Sequenzvorlagen (*.s) werden im ChemStation-Explorer angezeigt. Zur schnellen und einfachen Navigation können Sie in der Strukturansicht des ChemStation-Explorers zusätzliche Speicherorte für Sequenzen/Sequenzvorlagen hinzufügen. Diese geben Sie in der Registerkarte **Paths** des Dialogfelds **Preferences** an.

Sequenzparameter

Das Dialogfeld **Sequence Parameters** enthält Informationen, die für alle Proben einer Sequenz gleich bleiben. Sie können in diesem Dialogfeld folgende Parameter einstellen:

- Auswahl des Datenverzeichnisses mithilfe des Kombinationsfelds **Path** und
- Angabe, wie die Sequenzverarbeitung ausgeführt werden soll, indem die entsprechenden Methoden- und Analysenlaufparameter ausgewählt werden.

Hier stehen Ihnen beispielsweise folgende Möglichkeiten zur Auswahl:

- Ausführung der Runtime-Checkliste
- Ausführung nur der Datenerfassung oder
- Ausführung nur der erneuten Verarbeitung (für Daten, die mit ChemStation bis Version B.01.03. erfasst wurden, oder für Daten, die mit der Option **Unique Folder Creation OFF** erfasst wurden).

HINWEIS

Sequenzdaten, die mit ChemStation-Versionen bis B.01.03 oder mit der Option **Unique folder Creation OFF** erfasst wurden, müssen mit der Option **reprocess** in der Ansicht **Method and Run Control** erneut verarbeitet werden.

Sequenzdaten, die mit der ChemStation-Version B.02.01 oder einer höheren Version erfasst wurden, müssen mit der Option **reprocess** in der Navigationstabelle **Data Analysis Navigation table** erneut verarbeitet werden.

Wenn die Option **reprocess** gewählt wird, können Sie zwischen den Probendaten, die bei der ursprünglichen Auswertung der Proben gewählt wurden, oder aktualisierten Daten wählen. Dies geschieht durch Aktivieren des Kontrollkästchens **Use Sequence Table information** oder durch Eingabe der Daten in die Sequenztabelle.

- Legen Sie mit dem Parameter **shutdown** fest, was nach Ende der Sequenz geschehen soll.
- Legen Sie fest, ob Strichcodes verwendet werden sollen und was bei einer Nichtübereinstimmung der Strichcodes geschehen soll. Dies setzt voraus, dass Sie einen Strichcodeleser an Ihrem System angeschlossen haben.

Grafische Probeneingabe

Ab ChemStation C.01.07 wird eine intuitive grafische Eingabe der Proben über eine visuelle Anzeige des Probenbehälters und der geladenen Proben unterstützt.

Probenbehälter bezieht sich auf Geräteteller oder -platten, die Proben oder Probenflaschen enthalten. Probenbehälter weisen, abhängig vom Gerät, unterschiedliche Größen und Probenflaschenkapazitäten auf Die physischen Eigenschaften eines bestimmten Probentellers oder einer bestimmten Platte werden anhand von Probenbehältertypen in XML-Format beschrieben. Kundenspezifische Probenbehältertypen können zentral gespeichert und im gesamten Labor verfügbar gemacht werden. Dazu wird einfach die XML-Datei mit der Definition des Probenbehältertyps importiert. Zum Importieren von kundenspezifischen Probenbehältertypen dient die Schaltfläche **Import Sample Container Type** in der OpenLAB Systemsteuerung.

Auf der Registerkarte **Sample Entry** kann der Probenbehälter ausgewählt werden. In der grafischen Benutzeroberfläche können Sie auf bequeme Weise neue Proben eingeben, indem Sie die Probe einfach in der Probenbehälterdarstellung anklicken. Die Probenposition wird dem Probentyp entsprechend farbcodiert.

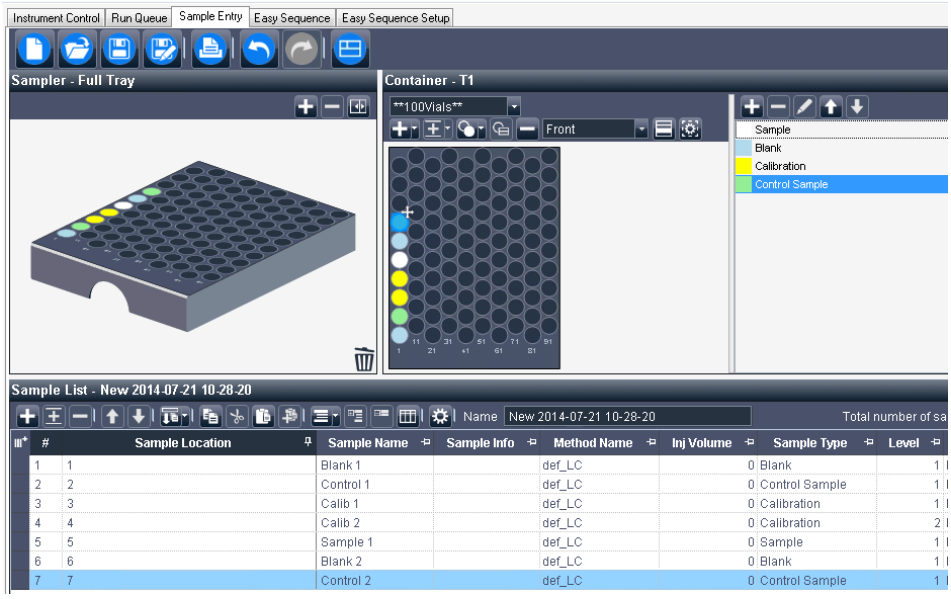

Instrument Control
Run Queue
Sample Entry
Easy Sequence
Easy Sequence Setup
Sampler - Full Tray
Container - T1
100Vials
Front
Sample
Blank
Calibration
Control Sample
Sample List - New 2014-07-21 10-28-20
Name
New 2014-07-21 10-28-20
Total number of sa
Sample Location Sample Name Sample Info Method Name Inj Volume Sample Type Level
1 1 Blank 1 def_LC 0 Blank 1
2 2 Control 1 def_LC 0 Control Sample 1
3 3 Calib 1 def_LC 0 Calibration 1
4 4 Calib 2 def_LC 0 Calibration 2
5 5 Sample 1 def_LC 0 Sample 1
6 6 Blank 2 def_LC 0 Blank 1
7 7 Control 2 def_LC 0 Control Sample 1

Abbildung 11 Registerkarte **Sample entry**

Bei allen automatischen Probengebern, die die physische Neuanordnung von Platten erlauben, können Sie sogar ganze Platten in andere Positionen oder Fächer ziehen. Die Position der Probenflaschen wird in der Probenliste automatisch angepasst. Die Konfiguration des Behälters kann mit der Sequenzvorlage gespeichert oder PDF-Datei exportiert werden.

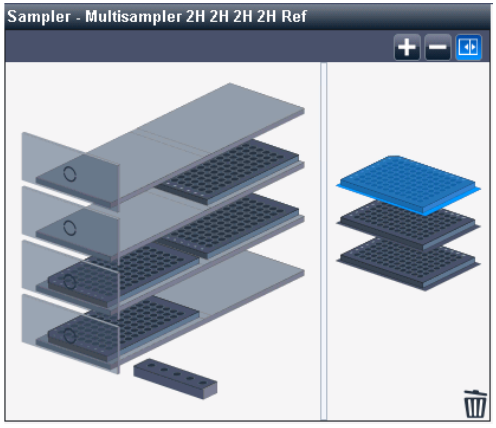


Abbildung 12 Mehrfachprobengeber in der Registerkarte **Sample entry**

Die Tabelle **Sample List** bietet eine Reihe von Funktionen, die das Bearbeiten der Tabelle erleichtern, wie beispielsweise:

- Kopieren von Zellbereichen
- Anhängen kopierter Zellen oder Zeilen
- Gruppieren von Proben nach bestimmten Angaben
- Filldown mit intelligenter Auto-Inkrementierung
- Neuanordnung einzelner oder mehrerer ausgewählter Reihen
- Kopieren von Zellinhalten oder ausgewählten Zellenbereichen in die Zwischenablage

In der Probenliste stellen Sie dieselben Informationen zusammen wie in der Sequenztabelle (siehe “Sequenztabelle” auf Seite 85). Anschließend fügen Sie die Probenliste als Sequenz der Analysenwarteschlange hinzu.

HINWEIS Wird die Sequenz ausgeführt, können Sie die Probenliste nicht mehr bearbeiten. Die Online-Bearbeitung ist nur in der Sequenztabelle möglich.

Sequenztabelle

In der Sequenztabelle wird festgelegt, welche Methoden zur Bearbeitung der Probenflaschen verwendet werden und in welcher Reihenfolge die Daten für die Probenflaschen erfasst und analysiert werden. Diese Tabelle enthält außerdem Informationen über die einzelnen Proben, wie z. B. den Probenbehältertyp [1], Probennamen, Quantifizierungsparameter und Rekalibrierungsparameter.

Für Geräte, die Dual Sampling unterstützen, z. B. ein GC, wird in der Tabelle eine zusätzliche Spalte **Injector Location** mit den möglichen Werten **Front** oder **Back** angezeigt. Außerdem ist unten das Kontrollkästchen **Dual Simultaneous Injections** verfügbar:

- Wenn Sie das Kontrollkästchen **Dual Simultaneous Injections** aktivieren, kombiniert das System die Durchläufe und bearbeitet in jedem Durchlauf zwei Proben gleichzeitig. Die Zeilennummern werden entsprechend angepasst. In diesem Modus können Sie die Sequenztabelle nach der Injektorposition **Front** oder **Back** sortieren.
- Wenn Sie dieses Kontrollkästchen nicht aktivieren, wird in jedem Durchlauf eine Probe bearbeitet. Die Reihenfolge der Durchläufe entspricht der Reihenfolge in der Tabelle. Sie können abwechselnd den vorderen und hinteren Injektor verwenden.

Eine Beschreibung der einzelnen Spalten dieser Tabelle und das Zusammenwirken mit Informationen aus der Methode finden Sie in der Online-Hilfe.

[1] neue Probenbehältertypen können in der OpenLAB Systemsteuerung importiert werden

Erstellen von Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen)

Mithilfe der Sequenztabelle können Sie die Proben, Methoden und Probenflaschen bestimmen, die in der Sequenz verwendet werden sollen. In der Sequenztabelle werden die Proben in der Reihenfolge aufgelistet, in der sie in der Sequenz bearbeitet werden. Sie enthält außerdem die erforderliche Nummerierung der Probenflaschen oder Probenpositionen, die Methode, Informationen zur Kalibrierung, die Probenmenge, ISTD-Multiplikatoren und sonstige Daten für die einzelnen Proben.

Auswahl von Säulen zur Anzeige

Die in der Sequenztabelle angezeigten Informationen können festgelegt werden:

- Sie können Spalten nach links oder rechts verschieben, so dass die Spalten, die für Ihre Arbeit am wichtigsten sind, vorne stehen.
- Spalten, die Sie für Ihre Arbeit nicht benötigen, können Sie aus der Ansicht entfernen.

Um die Ansicht und den Inhalt Ihrer Sequenztabelle zu ändern, klicken Sie auf (**Column Chooser**) in der Symbolleiste „Sequenztabelle“. Wählen Sie die Spalten aus, die in der Sequenztabelle angezeigt werden sollen. Je nach den installierten Softwarepaketen sind zusätzliche Spalten verfügbar, z. B. die Spalte **Target Mass**, wenn ein LC/MS- oder CE/MS-System installiert ist.

Auswahlmodi

Ähnlich wie bei Anwendungen wie Microsoft Excel können Sie auch hier mehrere Zellen oder Zellbereiche auswählen:

- Mit **Strg** + Klicken können mehrere Einzelzellen ausgewählt werden
- Mit **Umschalten** + Klicken kann ein Zellbereich ausgewählt werden

Kopieren, Ausschneiden, Einfügen

- *Kopieren*: Sie können die ausgewählten Zellen kopieren und sie in beliebige andere Anwendungen (z. B. Microsoft Excel) einfügen. Die kopierten Informationen schließen die Tags für den Spaltentitel ein. Diese Tags können Sie anzeigen, indem Sie die Informationen z. B. in Microsoft Excel einfügen. Mithilfe dieser Spaltentitel-Tags können die Werte wieder zurück in eine ChemStation-Sequenztabelle eingefügt werden, auch wenn die Spalten eine andere Reihenfolge haben.
- *Ausschneiden*: Wenn Sie ganze Reihen ausschneiden, werden die Reihen gelöscht und in der Zwischenablage gespeichert. Schneiden Sie einzelne Spalten oder Zellen aus, werden die Reihen beibehalten und nur die Werte in den Zellen werden gelöscht.
- *Einfügen*: Bei Auswahl einer ganzen Reihe werden durch den Befehl „Einfügen" die Werte aus der Zwischenablage als neue Reihen eingefügt. Wenn die kopierten Inhalte auch Spaltentitel-Tags einschließen, werden die Werte anhand dieser Tags den entsprechenden Spalten zugeordnet. Wird nur eine einzelne Spalte ausgewählt, werden die Werte aus der Zwischenablage angefangen mit der obersten Reihe (Zeile für Zeile) nach unten eingefügt. Nach rechts werden so viele Spalten gefüllt, wie in der Zwischenablage gespeichert sind. Wird nur eine einzelne Zelle ausgewählt, werden die Zellen unter und rechts von der ausgewählten Zelle mit den Werten aus der Zwischenablage gefüllt.

Rückgängig, Wiederholen

Die Sequenztabelle erlaubt das Rückgängigmachen oder Wiederholen des letzten Schrittes.

Einfügen, Anhängen oder Löschen von Zeilen

Um eine neue, leere Zeile einzufügen oder anzuhängen oder eine vorhandene Zeile zu löschen, verwenden Sie die entsprechenden Schaltflächen in der Symbolleiste:

(**Insert Line**)

(**Append Lines**)

(**Delete Lines**)

Verwendung der Filldown-Funktion

Wenn Sie viele Proben haben, für welche die gleiche Methode verwendet wird, können Sie diese Proben mit Hilfe des **Filldown**-Symbols schnell in die Sequenztabelle eintragen. Mit dieser Funktion werden Informationen von einer Zelle in zuvor ausgewählte Zellen oder Spalten kopiert. Für Probenposition, Probennamen und Datendateinamen werden Inkrementierungsregeln verwendet, die im Dialogfeld **Filldown Options** festgelegt werden können. Bei anderen Spalten kopiert diese Funktion einfach die Felder (z. B. den Methodennamen, die Anzahl der Injektionen pro Probenflasche und, falls angegeben, die Probenmenge sowie die Menge, den Multiplikator und die Verdünnung des ISTD).

Aus der Wiederholung ausgeschlossen sind nur Spalten mit einmaligen Werten wie LIMS-IDs. Außerdem werden Kalibrierungseinstellungen nicht zu Proben kopiert, die keine Kalibrierungsstandards sind.

Mit dem Dialog **Filldown Options** können Sie unterschiedliche, in allen Einzelheiten definierte Abläufe für die Filldown-Funktion spezifizieren. Dieser Dialog erlaubt das Festlegen von Regeln für die Probenposition und die Probenbezeichnung. Die Richtung des Inkrementierungsmusters auf Platten kann ausgewählt werden, ebenso, ob es sich dabei nur um einen Rechteckausschnitt auf der Platte handeln soll.

Der Filldown von Datendateien ist ein besonderer Fall. Hierfür ist der vollständige Name der Datendatei erforderlich, und es wird ein Zähler mit dem Format „--001" angehängt. Im Zusammenhang mit GC wird außerdem ein „F" oder „B" angehängt, je nachdem, welcher Injektor für den Lauf ausgewählt war, als der Filldown vorgenommen wurde.

Zeilenassistent

Dieser Assistent erlaubt eine effiziente Erstellung von großen Sequenztabellen. Dies ist auf verschiedene Weise möglich:

- *Einfacher Modus*: Tragen Sie alle Werte, die Sie duplizieren möchten, in eine Zeile ein. Wählen Sie die Zeile aus und verwenden Sie den **Insert/Filldown Wizard** , um die Zeile n-mal zu wiederholen. Sie können auch eine Regel zum Einfügen einer Kalibrierung oder eines Blindlaufs nach einer vorgegebenen Anzahl von Proben definieren.
- *Erweiterter Modus*: Mit Eintragungen in mehrere Beispielzeilen können Sie ein Muster erstellen. Wählen Sie dann alle diese Zeilen aus und rufen Sie den **Insert/Filldown Wizard** auf. Es können abwechselnde Kalibrierungen, Kontrollen, Blindläufe und jede beliebige Anzahl Probenläufe, Kalibrierungsstufen und Rekalibrierungseinstellungen eingefügt werden.

  Sie können außerdem festlegen, dass beispielsweise alle Kalibrierungen mit Material aus derselben Flasche durchgeführt, die Probenflaschen jedoch nacheinander bearbeitet werden. Probenpositionen werden ab der Startposition mit intelligenter Inkrementierung wiederholt (Offset für jeden kopierten Block), so dass sämtliche Abstände zwischen Probenpositionen beibehalten werden. Wenn Sie im Dialog keine Regeln festlegen können, werden die Werte einfach nach unten dupliziert.

  Aus der Wiederholung ausgeschlossen sind nur Spalten mit einmaligen Werten wie LIMS-IDs.

Filtern der Sequenztabelle

Mittels der **Filter Options** können Sie Bedingungen einstellen, um einen Teil der Zeilen der Sequenztabelle anzuzeigen.

Auslesen von Barcodes

Falls Ihr Gerät das Auslesen von Barcodes unterstützt, klicken Sie auf **Read Bar Codes** , um die Probennamen zu erhalten. Wählen Sie die Reihe in der Sequenztabelle oder die Probenposition, deren Barcode Sie lesen möchten. Es können eine oder mehrere Zeilen ausgewählt werden. Der Barcode wird für jede angegebene Probenposition in die Zelle mit dem Probennamen platziert.

Verwendung der Schaltfläche „Custom Fields“ (Benutzerdefinierte Felder)

Wenn für die Methode(n) in der Sequenztabelle benutzerdefinierte Felder eingerichtet worden sind, können Sie mit der Schaltfläche **Custom Fields** für jede Probe (probenbezogene benutzerdefinierte Felder) oder für sämtliche Substanzen (substanzbezogene benutzerdefinierte Felder), die bei der Methode zur Untersuchung einer Probe verwendet werden, die Werte in diesen benutzerdefinierten Feldern ändern.

Voransicht der Sequenz anzeigen

Nach einem Klick auf **Sequence Preview** öffnet sich ein Dialogfeld, das die Sequenz genau so anzeigt, wie sie ausgeführt wird, und alle wiederholten Kalibrierungen, QS-Proben und Blindproben in der richtigen Reihenfolge enthält.

Easy Sequence

Überblick

Easy Sequence ist eine Benutzeroberfläche für die schnelle und einfache Einrichtung von Sequenzen aus Vorlagen. Die Vorlage gibt Parameter an, die vom Benutzer geprüft oder bearbeitet werden sollten. Die Kalibrierungseinrichtung bietet eine benutzerfreundliche Drag-and-Drop-Oberfläche für die Angabe der Kalibrierungsarten und Probenpositionen und gibt einen Überblick über die Sequenz. Mit **Easy Sequence** können Sie schnell nach einem bestimmten Muster Sequenzen erstellen, die sich in der Anzahl der Proben unterscheiden, ansonsten aber gleich sind.

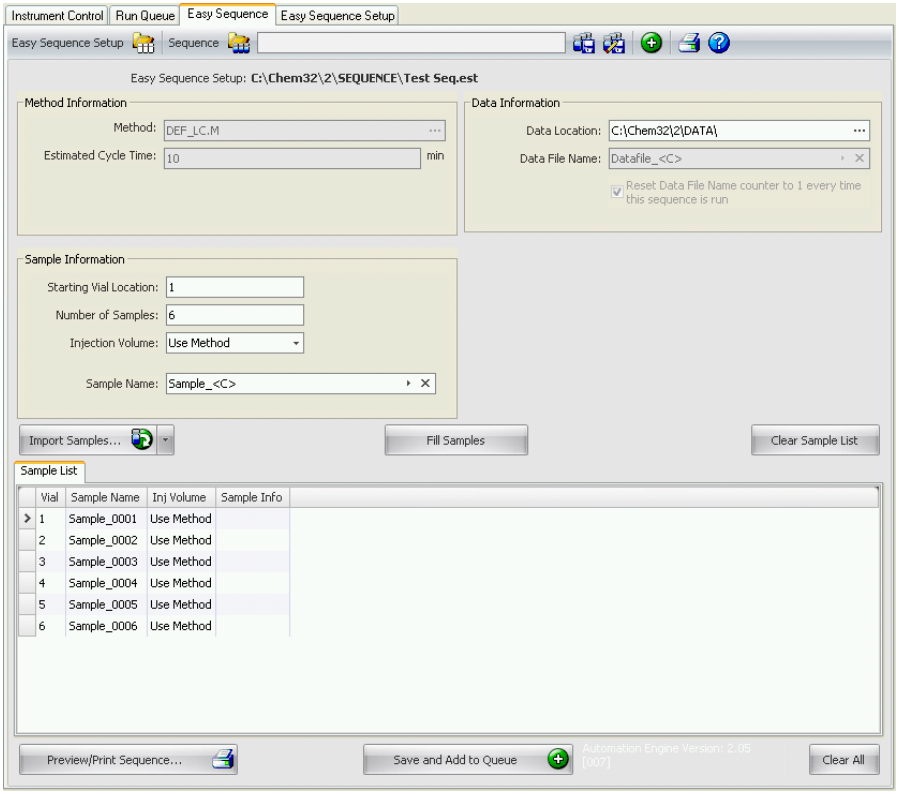


Abbildung 13 Registerkarte **Easy Sequence**

Registerkarte Easy Sequence verwenden (Sequenz)

Die Registerkarte **Easy Sequence** wird zum Erstellen einer Sequenz aus der Vorlage verwendet, die in der Registerkarte **Easy Sequence Setup** erstellt wurde. Auch im CSV-Format gespeicherte Proben können importiert werden.

So definieren Sie eine Sequenz:

1 Öffnen Sie von der Registerkarte **Easy Sequence** aus eine Vorlage, indem Sie auf das Symbol **Open Easy Sequence Setup** klicken

2 Nehmen Sie bei Bedarf Aktualisierungen vor. Dies kann Probenflaschen-Positionen, Kalibrierflaschen-Positionen, Daten oder den

Sequenzspeicherort betreffen. Die verfügbaren bearbeitbaren Parameter hängen von der Vorlagenkonfiguration ab.

3 Wenn die vorgefüllten Proben nicht mit den neuen Probenpositionen übereinstimmen, klicken Sie auf **Fill Samples**, um die Tabelle erneut zu füllen.

4 Klicken Sie auf **Preview/Print Sequence...**, um die Sequenz in der Vorschau anzuzeigen.

5 Speichern Sie die Sequenz.

TIPP Die Sequenz kann so lange bearbeitet werden, wie ihr Status in der Warteschlange **Pending** lautet.

6 Klicken Sie auf **Save and Add to Queue**, um die Sequenz an die Sequenz-Warteschlange zu senden.

So importieren Sie Probendaten:

Probendatensätze können in **Easy Sequence** importiert werden. Bevor Sie Proben importieren, muss die CSV-Datei eingerichtet und ordnungsgemäß formatiert werden. Weitere Informationen zum Erstellen einer CSV-Probendatendatei finden Sie in der Online-Hilfe.

1 Öffnen Sie von der Registerkarte **Easy Sequence** aus eine Vorlage, indem Sie auf das Symbol **Load Easy Sequence Setup** klicken.

2 Klicken Sie auf **Import Samples...**

3 Wählen Sie die zu importierende CSV-Datei aus.

Alle gültigen Felder werden importiert.

HINWEIS Stellen Sie für den Import von Probendaten in die **Back Sample List** sicher, dass **Back Sample List** ausgewählt ist und angezeigt wird, bevor Sie auf die Schaltfläche **Import Samples** klicken.

4 Überprüfen Sie die Angaben in den Feldern der Probenliste.

Registerkarte Easy Sequence Setup verwenden (Vorlage)

Easy Sequence Setup wird zum Erstellen von Vorlagen verwendet, die die Grundlage für das Erstellen von Sequenzen bilden. Es gibt zwei Bereiche: „Proben“ und „Kalibrierung“. Der Bereich **Samples** gibt die Methode, die Probe, die Daten und die Sequenzinformationen an. Die Vorlage wird auch verwendet, um anzugeben, welche Parameter ausgeblendet oder schreibgeschützt sind. Der Bereich **Calibration** bietet eine grafische Benutzeroberfläche zum Konfigurieren und Anzeigen von Kalibrierläufen. Er bietet eine benutzerfreundliche Drag-and-Drop-Schnittstelle für die Angabe der Kalibrierungsarten (zyklisch und umschließend) und der Probenpositionen.

So erstellen Sie eine Easy Sequence-Vorlage:

1. Wählen Sie in der Registerkarte **Easy Sequence Setup** den Bereich **Samples**. Öffnen Sie eine vorhandene Vorlage oder erstellen Sie eine neue Vorlage.
2. Wählen Sie die **Method** aus. Es werden Doppelinjektionsoptionen angezeigt, wenn die Injektionsquelle der Methode „Dual“ lautet. Eine Hintergrundanalyse-Methode kann für das Hintergrundsignal angegeben werden. Die Methode ist der einzige für eine Vorlage erforderliche Parameter.
3. Geben Sie bei Bedarf die geschätzte Dauer (in Minuten) eines Probenlaufs an. Dies ist die gemessene Zeit vom Start eines Probenlaufs bis zum Start des nächsten Probenlaufs. Dieser Parameter wird verwendet, um die erwartete Gesamtdauer der Sequenz zu schätzen. Lassen Sie dieses Feld leer, wenn Sie die Funktion „Estimated Cycle Time“ (Geschätzte Zyklusdauer) nicht verwenden möchten.
4. Machen Sie Angaben in den Feldern **Starting Vial Location**, **Number of Samples** und **Sample Name**.
5. Wählen Sie den **Data Location** aus.
6. Wählen Sie den **Sequence Location** aus und geben Sie den **Sequence Name** an.
7. Geben Sie bei Bedarf einen Kommentar zur Vorlage ein.
8. Geben Sie an, welche Parameter ausgeblendet oder schreibgeschützt sind. Geben Sie einen Standardwert für **injections/vial**, **sample amount**, **ISTD amount**, **injection volume** usw. ein. So wird das Fehlerrisiko beim ERstellen einer Sequenz in der Registerkarte **Easy Sequence** minimiert.
9. Speichern Sie die Vorlage.

So definieren Sie Kalibrierungen:

Voraussetzungen

Die in der Vorlage verwendete Methode sollte entsprechend den erforderlichen Stufen kalibriert worden sein.

1. Wählen Sie in der Registerkarte **Easy Sequence Setup** den Bereich **Calibration**.
2. Wählen Sie **Cyclic**, **Bracketing** oder **Simple Calibration** in der Dropdown-Liste **Calibration Mode**.
3. Das **Sequence Diagram** hat folgende Abschnitte:
   - **Sequence Start**
   - **Bracketing/Cyclic**
   - **Samples/Injections**
   - **Sequence End**
4. Legen Sie im Bereich **Samples** für die Sequenz das **Calibration Interval** auf Basis der Anzahl an Proben oder der Anzahl an Injektionen fest.
5. Richten Sie den **Sample type**, die **Blank**, die **Calibrant** oder die **QC Sample** ein, indem Sie das entsprechende Symbol vom Bereich **Sample Type** in den Abschnitt **Sequence Diagram** ziehen.
6. Richten Sie die Parameter für jeden Probentyp ein und setzen Sie sie auf **Hide** oder **Read-Only**.
7. Überprüfen Sie den Kalibriermodus im **Easy Sequence**-Überblick.
8. Speichern Sie die Vorlage.

Arbeiten mit Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen)

Sequenzen (Sequenzen und Sequenzvorlagen) werden über das Sequenzmenü erstellt und aufgerufen. Sequenzen werden auf dieselbe Weise erstellt und gespeichert wie Methoden. Beim Speichern einer Sequenz wird eine Datei mit der Erweiterung ".S" angelegt. Wenn Sie die Sequenz erneut bearbeiten oder laden möchten, erfolgt der Zugriff mit "Load Sequence" (Sequenz laden) im Menü "Sequence" (Sequenz).

Datenerfassung in einer Sequenz

Zur Durchführung einer Sequenzanalyse müssen entsprechende vordefinierte Methoden verfügbar sein. Dies sind die zuvor beschriebenen Mustermethoden. In der Regel werden Mustermethoden und Sequenzvorlagen in der ChemStation-Ansicht **Method and Run Control** bearbeitet. Daher können Sie in der Ansicht **Method and Run Control** über den ChemStation-Explorer auf Mustermethoden und Sequenzvorlagen zugreifen.

In der Sequenzvorlage werden diese Methoden in der Sequenztabelle aufgeführt.

Wie bereits erklärt, wird bei der Ausführung einer Sequenz mit der Sequenzvorlage <sequence_name>.S und der Mustermethode <method_name>.M ein neuer Ordner angelegt, der alle Dateien der Sequenzanalyse enthält („Ergebnissatz“).

Der Speicherort dieses Ordners wird in den Einstellungen im Dialogfeld **Sequence Parameters** festgelegt. Der Name des Ordners wird auf der Registerkarte **Sequence** des Dialogfelds **Preferences** festgelegt. Der Name ist standardgemäß <SeqName> <Datum> <Uhrzeit>, kann jedoch auch mit Token konfiguriert werden. Es kann auch manuell ein beliebiger Name eingegeben werden. Weitere Informationen zur Verwendung von Token siehe “Dateinamen und Token” auf Seite 16. Es können folgende Token verwendet werden:

- **Current date**
- **Current time**
- **User name**

- **Instrument name**
- **Sequence name**
- **Counter**
- **Computer name**

Wenn das **Name Pattern** nicht zu eindeutigen Namen für die Ergebnissätze führt, hängt ChemStation eine Nummer an, die die Eindeutigkeit sicherstellt.

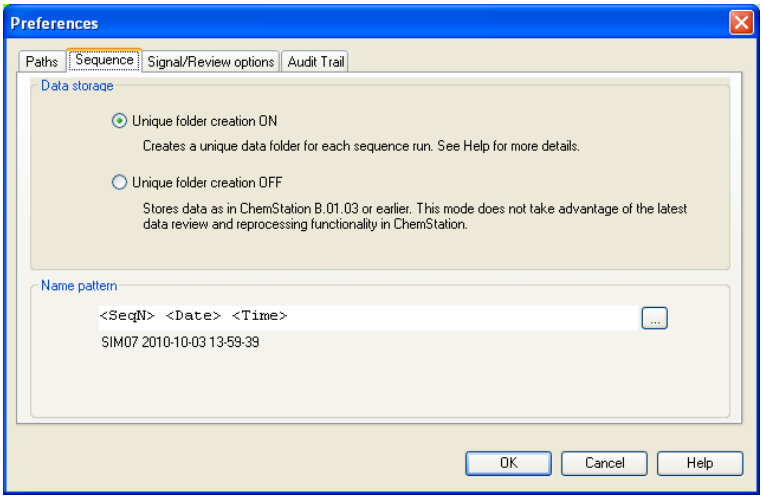

Preferences
Paths
Sequence
Signal/Review options
Audit Trail
Data storage
Unique folder creation ON
Creates a unique data folder for each sequence run. See Help for more details.
Unique folder creation OFF
Stores data as in ChemStation B.01.03 or earlier. This mode does not take advantage of the latest data review and reprocessing functionality in ChemStation.
Name pattern
<SeqN> <Date> <Time>
SIM07 2010-10-03 13-59-39
OK
Cancel
Help

Abbildung 14 Dialogfeld **Preferences**/Registerkarte **Sequence**

Zu Beginn der Erfassungssequenz wird die in der Sequenztabelle angegebene Methode aus dem Mustermethodenordner in den Ergebnissatz kopiert. Darüber hinaus wird eine Kopie der Sequenz angelegt und mit dem Sequenzprotokoll und der Batchdatei (*.b) im Ergebnissatz gespeichert. Alle Aktualisierungen der Methode (z. B. Aktualisierungen der Kalibriertabelle) werden im Ergebnissatz in der Sequenzmethode gespeichert. Wenn Sie das Intelligent Reporting verwenden, werden die in den Sequenzparametern oder Methodeneigenschaften ausgewählten Reportvorlagen ebenfalls in den Ergebnissatz kopiert. Alle benötigten Dateien sind jetzt für die zukünftige Datenprüfung und die erneute Verarbeitung verfügbar, ohne dass die Mustermethode oder die Sequenzvorlage geändert wurde, die somit für weitere Sequenzanalysen verfügbar sind.

Bei der Erfassung werden die Datendateien im Ergebnissatz gespeichert. Innerhalb jeder Datendatei (*.D) wird eine Kopie der Sequenzmethode für dieses speziellen Analysenlauf gespeichert. Die Datei ACQ.txt enthält die Erfassungsparameter der Sequenzmethode, die den Status der Methode zum Zeitpunkt der Erfassung der Datendatei widerspiegeln. Der Ordner „DA.M“ enthält eine Kopie der in der Sequenzmethode verwendeten Datenanalyseparameter.

Mit den im Sequenzordner gespeicherten Dateien können alle Datenprüfungen und erneuten Verarbeitungen durchgeführt werden, ohne die Mustermethode oder die Sequenzvorlage ändern zu müssen. Bei Bedarf können Methodenänderungen außerdem wieder in der Mustermethode gespeichert werden.

HINWEIS

Der Ergebnissatz muss immer den vollständigen Satz aller Datendateien (*.D) enthalten. Wenn Sie einen Teil der Datensätze löschen, dann verursacht das Hochladen des Ergebnissatzes zur zentralen Speicherung Probleme. Wenn Sie eine Sequenz kürzen müssen, dann erstellen Sie aus dem reduzierten Satz der Sequenzzeilen einen selbst-zusammengestellten Ergebnissatz (siehe “Erstellen eines selbst zusammengestellten Ergebnissatzes” auf Seite 108).

Datenerfassung bei Einzelanalysen

Bei einzelnen Analysenläufen wird die Datendatei direkt im entsprechenden Unterverzeichnis abgelegt. Da bei einer Einzelanalyse nur eine Methode verwendet wird, muss diese Methode nicht in das Unterverzeichnis kopiert werden. Alle Aktionen werden direkt mit der Mustermethode ausgeführt. Wenn der Erfassungsschritt der Methode abgeschlossen ist, wird eine Kopie der Erfassungsparameter in der Datei ACQ.txt gespeichert. Nach der Ausführung der Datenanalyse der Mustermethode wird eine Kopie der Datenanalyseparameter wird im Datendateiverzeichnis (DA.M) gespeichert.

Automatische Aktualisierung von Mustermethoden

Bei dieser Funktion aktualisiert ChemStation automatisch die Datenanalyseparameter der Mustermethoden, die Sie in den Ergebnissatz kopiert haben. Sie können diese Funktion beispielsweise zum Aktualisieren der Kalibriertabellen von Mustermethoden verwenden, nachdem Sie eine Sequenz mit Neukalibrierungen erneut verarbeitet haben.

Sie können diese Funktion im Dialogfeld **Sequence Parameters** aktivieren (siehe Abbildung unten). Während der Erfassung aktualisiert ChemStation die Datenanalyseparameter der Mustermethoden für alle Sequenzmethoden im Ergebnissatz.

Die Datenanalyseparameter der Mustermethoden werden auch nach der erneuten Verarbeitung der Sequenz aktualisiert. Die Vorbedingung hierfür ist, dass die entsprechende Mustermethode (eine Methode mit dem gleichen Namen wie die Sequenzmethode) noch im gleichen Mustermethodenverzeichnis gespeichert ist wie zu dem Zeitpunkt, als sie in den Ergebnissatz kopiert wurde.

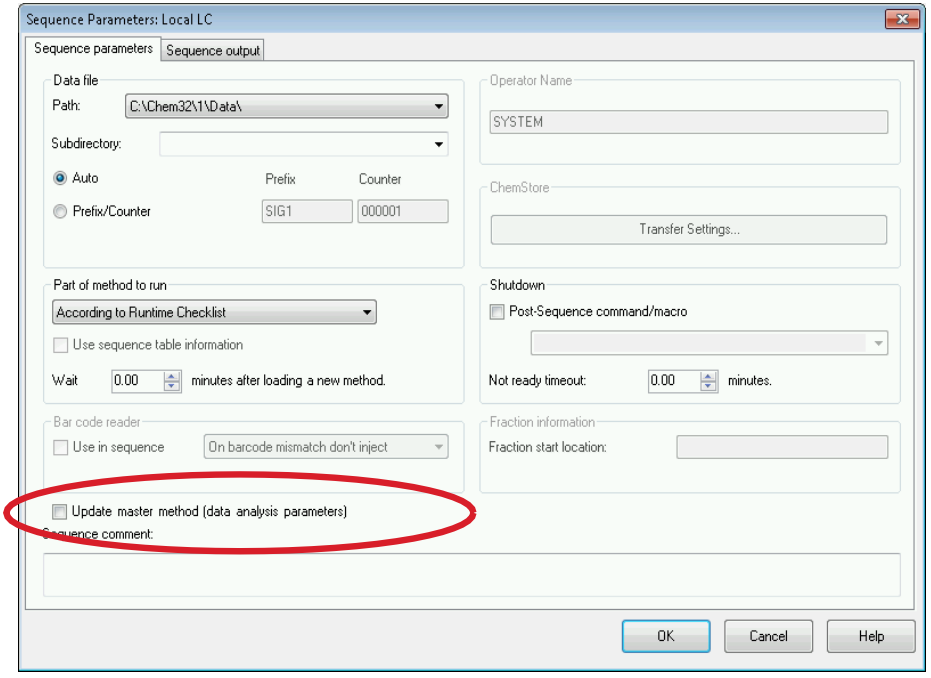


Abbildung 15 Option **Update master methods** im Dialogfeld **Sequence Parameters**

HINWEIS Da diese Funktion zu Lasten der Leistung geht, wird von ihrer Verwendung abgeraten, wenn Sie Sequenzen mit Hunderten von Methoden haben.

Vorrangsproben

Eine aktuell laufende Sequenz kann nach Abschluss der aktuellen Methode unterbrochen werden. Eine eingeschobene Vorrangsprobe kann dann mit derselben oder einer anderen Methode analysiert werden. Die Sequenz wird anschließend mit derjenigen Probe fortgesetzt, mit der die Sequenz auch ohne Unterbrechung weitergelaufen wäre.

Durchführung von Sequenzen mit Kontrollproben

Eine Probe kann im Feld “Sample Type” der Sequenztabelle als Kontrollprobe festgelegt werden. Die Methode, mit der diese Probe abgearbeitet wird, muss eine Kalibriertabelle besitzen, in der Grenzwerte für eine der enthaltenen Substanzen eingegeben sind. Wenn die festgelegten Grenzwerte für die Kontrollprobe überschritten werden, wird die Sequenz gestoppt und eine Meldung in das Logbuch geschrieben. Wenn Sie einen der Reportarten der ChemStation verwenden, werden die Grenzwerte für die Kontrollproben in den Analysenreport aufgenommen. Weitere Informationen über das Festlegen einer Sequenz mit Kontrollproben finden Sie im Abschnitt „How To“ in der Online-Hilfe.

Sequenzieren mit Referenzleerproben

Referenzsignale sind gemäß europäischem Arzneibuch erforderlich, um das Signal-Rausch-Verhältnis auszuwerten. Durch Auswahl des Probentyps **Blank** kann der Referenzdatensatz für die entsprechenden Proben in der Sequenztabelle angegeben werden.

Wenn Sie mehrere Referenzdateien verwenden, ist die Reihenfolge der Dateien wichtig. ChemStation verwendet eine Referenzdatei für alle nachfolgenden Analysen, bis in der Sequenztabelle eine neue Referenzdatei angegeben wird. Die Referenzdatei einer Leerprobe dient als Referenz für sich selbst. Die folgende Übersicht zeigt ein Beispiel für eine Sequenz, die zwei Leerproben enthält:

Tabelle 7 Beispiel für eine Sequenz mit Leerproben

	Probe	Datendatei	Referenzdatei
1	Probe1	DF01.D	
2	*Leer1*	*DF02.D*	*DF02.D*
3	Probe2	DF03.D	*DF02.D*
4	Probe3	DF04.D	*DF02.D*
5	*Leer2*	*DF05.D*	*DF05.D*
6	Probe4	DF06.D	*DF05.D*
7	Probe5	DF07.D	*DF05.D*

Einzelheiten zur Berechnung des Signal-Rausch-Verhältnisses finden Sie im Referenzhandbuch.

Ausführen einer Sequenz

Sobald Sie eine Sequenz zur Warteschlange senden, wird die Sequenzvorlage zu einer durchlaufbasierten Liste. Sie zeigt die Sequenz genau so, wie sie ausgeführt wird, und enthält alle wiederholten Kalibrierungen, QS-Proben und Blindproben in der richtigen Reihenfolge. Die erstellte Sequenzdatei wird im Ergebnissatz gespeichert.

HINWEIS

Wenn Sie einer Sequenz, die gerade ausgeführt wird, Zeilen hinzufügen, werden die neuen Sequenzzeilen stets mit *Online-bearbeitet#.D* bezeichnet. Anhand dieses Namens können diese Zeilen später identifiziert werden.

Das Löschen von Zeilen aus einer Sequenz, die gerade ausgeführt wird, kann zu erheblichen Inkonsistenzen führen, besonders wenn die Sequenz angehalten und dann neu gestartet wird.

Beispiel: Sequenz mit mehreren Injektionen

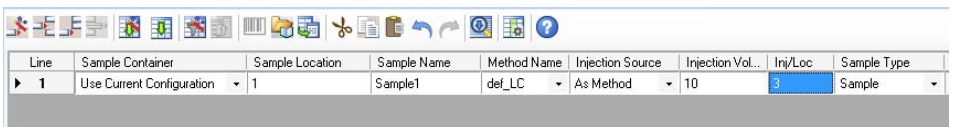
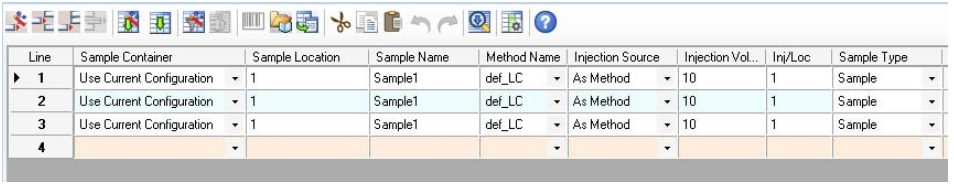


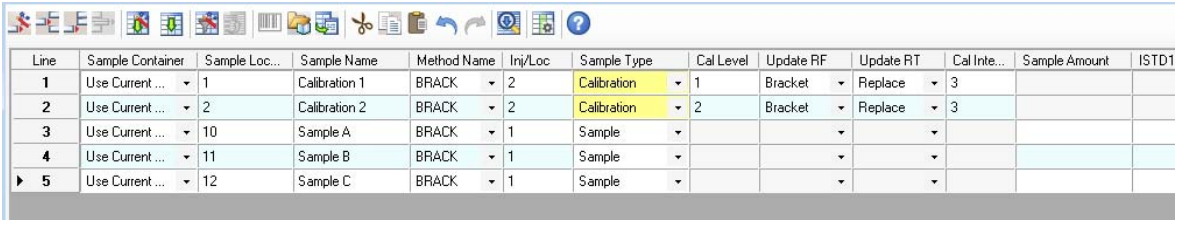
Abbildung 16 Sequenzvorlage vor dem Senden an die Warteschlange, Probe mit 3 Injektionen



Line	Sample Container	Sample Location	Sample Name	Method Name	Injection Source	Injection Vol...	Inj/Loc	Sample Type
1	Use Current Configuration	1	Sample1	def_LC	As Method	10	1	Sample
2	Use Current Configuration	1	Sample1	def_LC	As Method	10	1	Sample
3	Use Current Configuration	1	Sample1	def_LC	As Method	10	1	Sample
4								

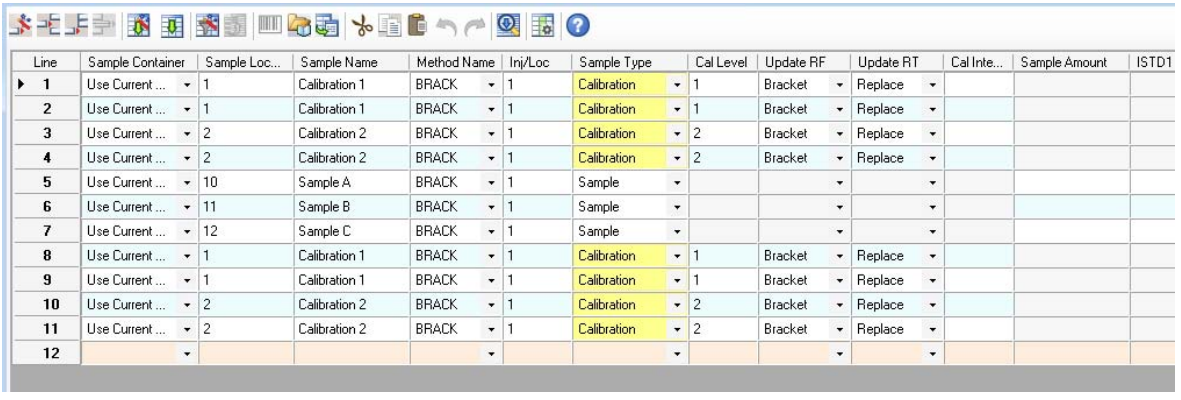
Abbildung 17 Sequenzdatei nach dem Senden an die Warteschlange, 3 separate Zeilen

Beispiel: Sequenz mit zyklischer Kalibrierung



Line	Sample Container	Sample Loc...	Sample Name	Method Name	Inj/Loc	Sample Type	Cal Level	Update RF	Update RT	Cal Inte...	Sample Amount	ISTD1
1	Use Current ...	1	Calibration 1	BRACK	2	Calibration	1	Bracket	Replace	3		
2	Use Current ...	2	Calibration 2	BRACK	2	Calibration	2	Bracket	Replace	3		
3	Use Current ...	10	Sample A	BRACK	1	Sample						
4	Use Current ...	11	Sample B	BRACK	1	Sample						
5	Use Current ...	12	Sample C	BRACK	1	Sample						

Abbildung 18 Sequenzvorlage vor dem Senden an die Warteschlange, zyklische umschließende Kalibrierung



Line	Sample Container	Sample Loc...	Sample Name	Method Name	Inj/Loc	Sample Type	Cal Level	Update RF	Update RT	Cal Inte...	Sample Amount	ISTD1
1	Use Current ...	1	Calibration 1	BRACK	1	Calibration	1	Bracket	Replace			
2	Use Current ...	1	Calibration 1	BRACK	1	Calibration	1	Bracket	Replace			
3	Use Current ...	2	Calibration 2	BRACK	1	Calibration	2	Bracket	Replace			
4	Use Current ...	2	Calibration 2	BRACK	1	Calibration	2	Bracket	Replace			
5	Use Current ...	10	Sample A	BRACK	1	Sample						
6	Use Current ...	11	Sample B	BRACK	1	Sample						
7	Use Current ...	12	Sample C	BRACK	1	Sample						
8	Use Current ...	1	Calibration 1	BRACK	1	Calibration	1	Bracket	Replace			
9	Use Current ...	1	Calibration 1	BRACK	1	Calibration	1	Bracket	Replace			
10	Use Current ...	2	Calibration 2	BRACK	1	Calibration	2	Bracket	Replace			
11	Use Current ...	2	Calibration 2	BRACK	1	Calibration	2	Bracket	Replace			
12												

Abbildung 19 Sequenzdatei nach dem Senden an die Warteschlange, zyklische umschließende Kalibrierung

Pausieren einer Sequenz

Der aktuelle Lauf wird vor dem Pausieren der Sequenz vollständig durchgeführt.

Während einer Pause im Sequenzablauf können die Namen von Sequenztabelle und Datensätzen nicht geändert werden. Sie können in der Sequenztabelle nur die Zeilen, die noch nicht bearbeitet wurden, oder in der aktuellen Zeile die Nummer des Probenfläschchens ändern. Sie können bei anstehenden Analysen Zeilen hinzufügen, löschen und ändern.

Es könnte zum Beispiel erforderlich sein, zu einer aktiven Sequenz weitere Proben hinzuzufügen. Sie können die Sequenz bearbeiten und angeben, dass diese Proben im Anschluss an die aktuell laufende Sequenz verarbeitet werden.

Stoppen einer Sequenz

Der aktuelle aktive Lauf wird sofort beendet. Die Datenanalyse wird für diesen Lauf jedoch noch ausgeführt. Eine gestoppte Sequenz kann nicht mehr fortgesetzt werden.

Wenn Sie den aktuellen Analysenlauf beenden möchten, bevor Sie die Sequenz stoppen, versetzen Sie die Sequenz in den Pausemodus, warten Sie, bis der Lauf beendet ist, und stoppen Sie erst dann die Sequenz.

Abbrechen einer Sequenz

Die Funktion „Abbrechen“ unterbricht eine Sequenz sofort. Es wird keine Datenanalyse ausgeführt.

Ausführen einer Teilsequenz

Ergebnissatz-Auswahl für Teilerfassung

Wenn Sie die Erstellung eindeutiger Ordner verwenden (siehe “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113), können Sie zwischen folgenden Optionen für eine Teilsequenz-Erfassung wählen:

- Erfassen der Teilsequenz in einem neuen Ergebnissatz

oder

- Erfassen der Teilsequenz in einem bereits vorhandenen Ergebnissatz

Die Erfassung der Datendateien aus einer Teilsequenzanalyse in einem bereits vorhandenen Ergebnissatz kann sich in folgenden Szenarios als nützlich erweisen:

- Eine oder mehrere Datendateien müssen überschrieben werden, weil beim ersten Analysenlauf beispielsweise eine falsche Probenflasche verwendet wurde.
- Beim ersten Analysenlauf wurde nur der erste Teil der Sequenz ausgeführt und die fehlenden Proben müssen durch die Ausführung einer Teilsequenz hinzugefügt werden. Dieses Szenario tritt ein, wenn die Sequenzerfassung wegen eines Gerätefehlers abgebrochen wurde.
- Nach der Erfassung der bereits vorhandenen Zeilen wurden zusätzliche Zeilen an die Sequenzvorlage angehängt. Die zusätzlichen Analysenläufe sollen zu den bereits vorhandenen Daten hinzugefügt werden.

HINWEIS Das Löschen von Zeilen oder das Einfügen von Zeilen in den bereits erfassten Teil der Sequenzvorlage führt zu erheblichen Inkonsistenzen bei der Benennung der Datendateien.

Wenn Sie die Option **Partial Sequence** im Menü **Sequence** auswählen, wird ein Dialogfeld angezeigt, in dem Sie entweder einen vorhandenen Ergebnissatz in einer Liste auswählen oder einen neuen Ergebnissatz erstellen können.

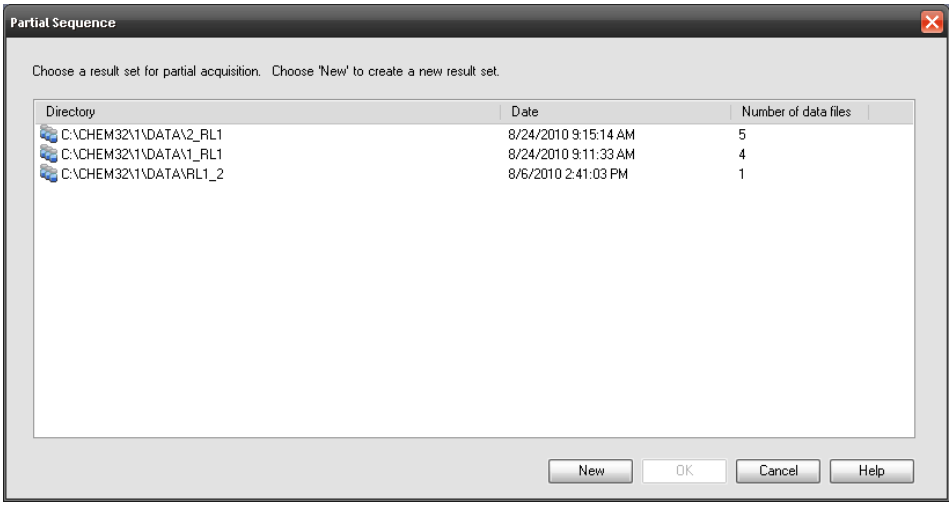


Abbildung 20 Dialogfeld **Partial Sequence**

Damit die Einheitlichkeit des Ergebnissatzes gewahrt bleibt (sodass er in **Data Analysis** vollständig erneut ausgewertet werden kann), können jedoch nur Ergebnissätze für die Teilerfassung ausgewählt werden, die bestimmte Bedingungen erfüllen:

- Der Name der Sequenzvorlage (Quellsequenz) und der Name der Sequenzdatei (*.S) im Ergebnissatz (Zielsequenz) müssen identisch sein.
- Der Datenpfad und das Unterverzeichnis für die Sequenzdateien müssen identisch sein.
- Die Anzahl der Sequenzzeilen in der Quellsequenz muss gleich oder höher als die Anzahl der Sequenzzeilen in der Zielsequenz sein.
- Für jede Zeile in der Zielsequenz müssen der Probentyp und die Anzahl der Injektionen mit den Werten in den entsprechenden Zeilen der Quellsequenz übereinstimmen.
- Für beide Sequenzdateien muss dasselbe Benennungsschema der Datendateien verwendet worden sein.

Wenn Sie dieses Dialogfeld mit **Ok** (zur Auswahl eines vorhandenen Ergebnissatzes) oder **New** (zum Erstellen eines neuen Ergebnissatzes) schließen, können Sie die Sequenzzeilen auswählen, die bei der Teilsequenz ausgeführt werden sollen.

Auswahl von Sequenzzeilen für die Teilsequenz-Erfassung

Das System zeigt das Dialogfeld **Partial Sequence** an und ermöglicht Ihnen die Auswahl einzelner Proben aus der Analysentabelle. Dieses Dialogfeld wird unabhängig von der Einstellung zur Erstellung eindeutiger Ordner geöffnet.

Jede Zeile des Dialogfelds **Partial Sequence** entspricht einem Analysenlauf. Für jeden Analysenlauf werden Probenfläschchen, Methode, Datendatei- und Probenname angegeben. Zusätzlich enthalten die Spalten „Seq Tbl“ und „Calib:RF:RT“ kodierte Informationen zur Sequenztabelle und den Kalibrierproben. In der Online-Hilfe finden Sie die Erläuterungen dieser Kodierungen.

Über die Schaltfläche **Print** können Sie die Teilsequenz ausdrucken.

Mit **Manual update ...** öffnen Sie das Dialogfeld **Update Methods**, in dem Sie die Mustermethoden und die in der Sequenzvorlage verwendeten Methoden manuell synchronisieren können. Mit der Option **Automatic update for selected runs** können Sie alle Sequenzmethoden, die in den ausgewählten Analysenläufen verwendet werden, mit den entsprechenden Mustermethoden aktualisieren.

HINWEIS Sowohl Erfassungsparameter als auch Datenanalyseparameter werden aktualisiert.

Beispielsweise kann das Dialogfeld **Partial Sequence** wie folgt aussehen. Sie können bestimmte Proben für die Verarbeitung markieren.

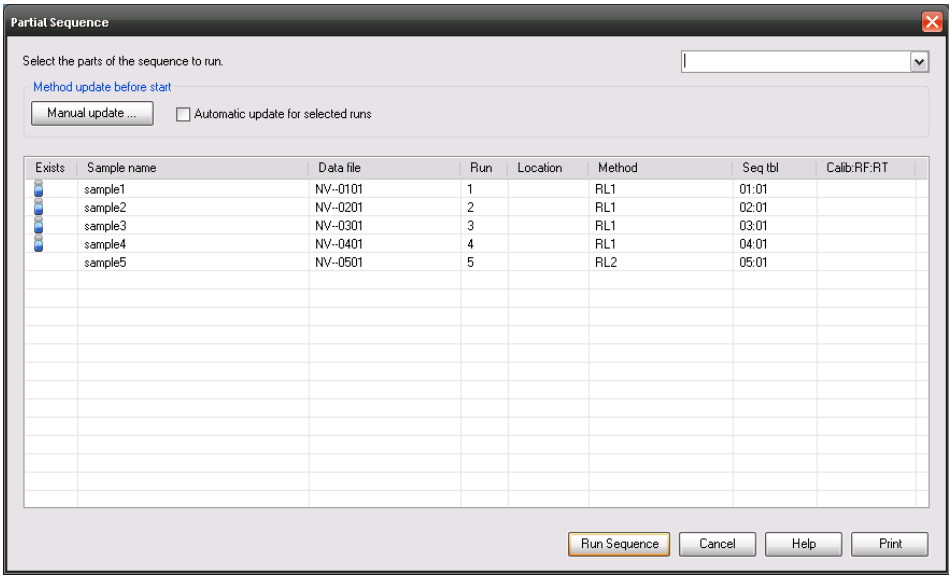


Abbildung 21 Dialogfeld **Partial Sequence**

Erstellen eines selbst zusammengestellten Ergebnissatzes

Mit dem Befehl **Sequence > Create New Result Set** in der Ansicht **Data Analysis** können Sie einen neuen, selbst zusammengestellten Ergebnissatz aus den Daten erstellen, die aktuell in der Navigationstabelle angezeigt werden. Selbst zusammengestellte Ergebnissätze sind zum Beispiel in den folgenden Szenarien hilfreich:

- Sie möchten einzelne Proben oder Sequenzen oder eine Kombination von beiden kombinieren, um diese mit einer speziellen Methode erneut zu bearbeiten.
- Sie möchten eine Sequenz verkürzen.

So stellen Sie einen neuen Ergebnissatz zusammen

1. Fügen Sie die erforderlichen Datendateien zur Navigationstabelle hinzu.
2. Wählen Sie in der Navigationstabelle alle Datendateien aus, die Sie in Ihren neuen Ergebnissatz mit aufnehmen möchten.
3. Wählen Sie **Sequence > Create New Result Set** aus, um das Dialogfeld **Create New Result Set** zu öffnen.
4. Wählen Sie eine Methode, die mit dem neuen Ergebnissatz verbunden wird.
5. Wählen Sie einen Ordner für den neuen Ergebnissatz aus.
6. Sortieren Sie die Proben.

   Die Namen der Ausgabedatendateien werden automatisch aktualisiert. Sie können bei Bedarf die Anfangsreihenfolge der Proben mithilfe der Schaltfläche (**Restore initial order**) wieder herstellen.

   Achten Sie darauf, dass gemäß europäischem Arzneibuch die Position einer Leerprobendatei für die Auswertung des Signal-Rausch-Verhältnisses relevant ist. Siehe auch “Sequenzieren mit Referenzleerproben” auf Seite 101.
7. Bestätigen Sie die Einstellungen, um die Liste mit den Datendateien in dem angegebenen Ordner in einem Ergebnissatz zusammenzustellen.

Logbuchdatei einer Sequenz

Es wird eine Logbuchdatei angelegt, die alle während der Ausführung der Analyse aufgetretenen Ereignisse enthält. Dies ist zur Fehlererkennung bei unbeobachtet ausgeführten Sequenzen, zum Beispiel über Nacht, von Nutzen. Der Name der Logbuchdatei hat immer die Dateierweiterung ".log". Die Logbuchdatei befindet sich in dem Verzeichnis, in dem die Sequenzdaten gespeichert sind.

Was geschieht während der Ausführung einer Sequenz?

Sequenz mit Unique Folder Creation starten

Das System erstellt einen Ergebnissatz basierend auf der Pfaddefinition in den Sequenzparametern und den Sequenzvoreinstellungen. Die Sequenzvorlage (*.s) und alle in der Sequenztabelle für diese Sequenz definierten Methoden werden in denselben Ergebnissatz kopiert. Wenn Sie die intelligente Reporterstellung verwenden, werden alle in der Methode oder Sequenzvorlage definierten Reportvorlagen (*.rdl) ebenfalls in den Ergebnissatz kopiert. Bei der Erfassung verwendet das System weiterhin diese Dateien. Beim Starten der Sequenz wird die in der entsprechenden Sequenzzeile aufgeführte Methode aus diesem Ergebnissatz in der ChemStation geladen.

Sequenz mit Unique Folder Creation starten

Beim Starten einer Sequenz lädt das System die Sequenzdatei (*.s) und die dem Eintrag in der jeweiligen Sequenzzeile der Sequenztabelle entsprechende Methode in die ChemStation. Anders als beim zweiten Datenspeicherungsmodus **Unique Folder Creation** wird kein Ergebnissatz erstellt. Sequenzen und Methoden verbleiben in ihrem Hauptverzeichnis.

Weitere Schritte bei der Sequenzausführung:

Die folgenden Schritte werden für jede ausgeführte Sequenzzeile wiederholt:

- Bei vorhandenem Autosampler sucht die ChemStation-Software zuerst die Probe im Autosampler gemäß der Zahl in der Spalte „Vial“ (Probenflasche).
- Die Methodenparameter werden an das Analysengerät übergeben.
- Das Makro vor dem Analysenlauf wird ausgeführt.
- Die Probe wird entweder manuell oder automatisch in das Gerät injiziert.
- Die Daten werden erfasst.
- Die Datenanalyse der Methode wird durchgeführt. Dies umfasst Integration, Quantifizierung, Reporterstellung und ggf. benutzerdefinierte Makros. Wenn die **Unique Folder Creation** verwendet wird, speichert das System ein zusätzliches Methoden-DA.M während des Analysenlaufs.
- Das Makro nach dem Analysenlauf wird ausgeführt.
- Während des gesamten Vorgangs protokolliert ChemStation den Fortschritt der Sequenz in Echtzeit und legt eine Logbuchdatei an.

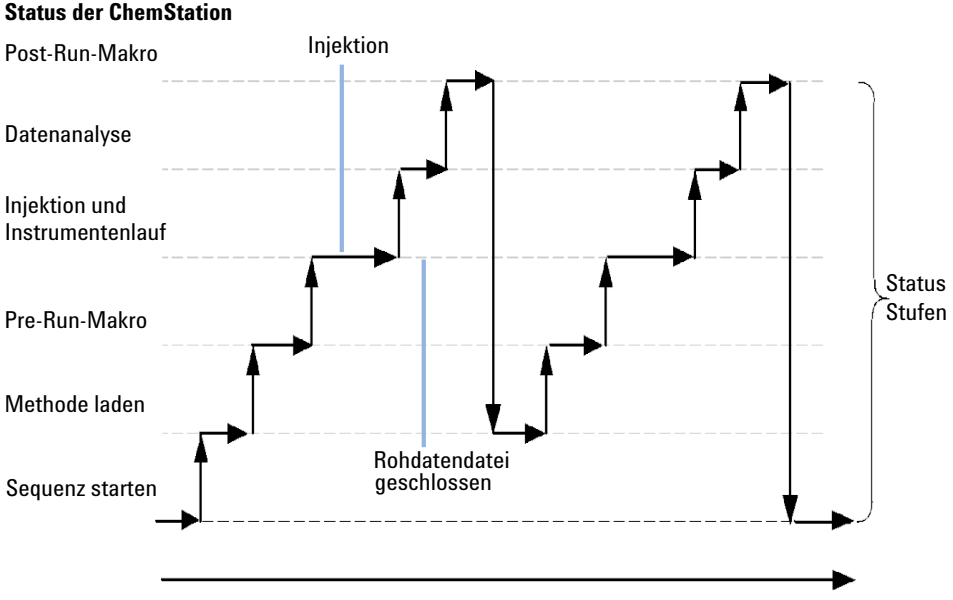


Abbildung 22 Sequenzstatus

Struktur der Sequenzdatendatei

Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz

In der Registerkarte **Sequence** kann der Benutzer bei Online-Sitzungen zwischen zwei verschiedenen Datenspeicherungsmodellen wählen. Diese Modi legen fest, wie die Sequenzdaten in ChemStation gespeichert werden.

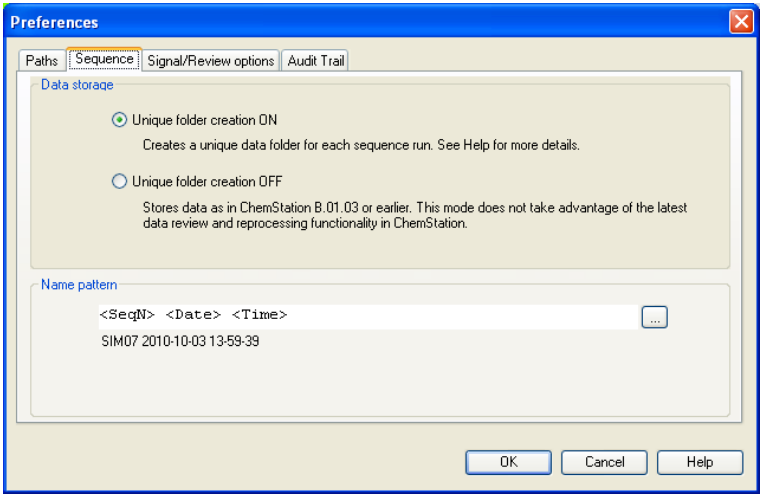

Preferences
Paths
Sequence
Signal/Review options
Audit Trail
Data storage
Unique folder creation ON
Creates a unique data folder for each sequence run. See Help for more details.
Unique folder creation OFF
Stores data as in ChemStation B.01.03 or earlier. This mode does not take advantage of the latest data review and reprocessing functionality in ChemStation.
Name pattern
<SeqN> <Date> <Time>
SIM07 2010-10-03 13-59-39
OK
Cancel
Help

Abbildung 23 Dialogfeld **Preferences**/Registerkarte **Sequence**

HINWEIS Das Aktivieren oder Deaktivieren der Erstellung eindeutiger Ordner wirkt sich nur auf zukünftige Erfassungen aus. Die Datenstruktur bereits erfasster Daten ist davon nicht betroffen.

HINWEIS Es wird dringend empfohlen, sich zu Beginn für einen der zwei Modi zu entscheiden und nicht zwischen diesen zu wechseln.

Das Deaktivieren der Erstellung eindeutiger Ordner wird nicht unterstützt, wenn Ihre ChemStation mit einem zentralen Datenspeicherungssystem verbunden ist.

Erstellung eindeutiger Ordner EIN

In diesem Datenspeicherungsmodus besteht zwischen den Rohdaten und der Methode eine dauerhafte, stabile Verknüpfung. Jede Datendatei enthält unabhängig davon, ob sie in einer Sequenz- oder in einer Einzelanalyse erfasst wurde, eine Verknüpfung zu der Methode, die für die Datenanalyse verwendet wurde.

Die Sequenzdaten werden unter Verwendung eines eindeutigen Ergebnissatz-Namens in einem Ergebnissatz gespeichert. Die Namenskonventionen (Namensmuster) für diese Ergebnissätze können Sie in der Registerkarte **Sequence** des Dialogfelds **Preferences** angeben. Wenn Sie kein Muster angeben, wird ein Standardmuster für Sequenznamen verwendet. Die Registerkarte **Sequence** wird nur für die Datenerfassung verwendet und ist daher nur für Online-Systeme verfügbar.

Das Muster für Sequenznamen kann unterschiedliche Abschnitte enthalten. Basierend auf den von Ihnen ausgewählten Abschnitten im Sequenznamenmuster erstellt das System einen Namen für den Ergebnissatz. Alle Datendateien, Methoden, das Sequenzlogbuch sowie die Dateien „<sequence_name>.s“ und „<sequence_name>.b“, die zu einer bestimmten Sequenz gehören, werden in diesem Ergebnissatz gespeichert. Der Ergebnissatz wird beim Starten der Sequenz erstellt.

Die Sequenzdateien (*.s) werden als Sequenzvorlagen verwendet. Mit diesem Konzept haben Sie die Möglichkeit, alle Sequenzdateien mehrere Male auszuführen, ohne dass vorhandene Daten überschrieben oder die Sequenzparameter geändert werden. Wenn im Sequenznamensmuster weder Zähler- noch Zeitangaben verwendet werden, führt das System automatisch einen Zähler ein, um das Überschreiben der Daten zu vermeiden. Für die zweite, dritte und alle nachfolgenden Sequenzen, die dieselbe Sequenzvorlage verwenden, wird dem Namen des Ergebnissatzes ein Zähler hinzugefügt.

Erstellung eindeutiger Ordner AUS

In diesem Datenspeicherungsmodus ist nur der Methodenname mit der Datendatei und der zur Erfassung und Verarbeitung verwendeten Methode verknüpft. Es werden keine Kopien der Methode zusammen mit der Sequenz oder mit der Datendatei gespeichert. Wenn die Methode geändert oder eine neue Methode mit diesem Namen erstellt wird, kann die Sequenz nicht genau reproduziert werden. Die Sequenzdatendateien werden gemäß den Parametern gespeichert, die unter „Datendatei“ im Dialogfeld **Sequence Parameters** angegeben sind. Die Funktion zur Sequenzbenennung auf der Registerkarte **Sequence** des Dialogfelds **Preferences** ist in diesem Modus deaktiviert. Aus diesem Grund können die neuesten Funktionen für die Datenprüfung und erneute Verarbeitung der ChemStation-Ansicht **Data Analysis** nicht vollständig genutzt werden.

HINWEIS Sequenzdaten, die mit deaktivierter Option zur **Unique folder Creation** erfasst wurden, müssen mit der Option „Erneut verarbeiten“ in der Ansicht **Method and Run Control** erneut verarbeitet werden.

HINWEIS Wenn Sie ChemStation mit zentraler Datenspeicherung nutzen, muss in der Voreinstellung **Unique Folder Creation** EIN gewählt werden. Bei zentraler Datenspeicherung ist die Option **Unique Folder Creation** AUS deaktiviert.

Das Aktivieren von **Unique Folder Creation Off** hat folgende Auswirkungen auf die Datenspeicherung:

- Sequenzdaten werden nicht in einem Ergebnissatz gespeichert, sondern direkt in dem Unterverzeichnis, das in den Sequenzparametern angegeben wurde (siehe “Sequenzparameter” auf Seite 81). Daher ist die Option für das Sequenznamensmuster auf der Registerkarte **Sequence** des Dialogfelds Voreinstellungen nicht verfügbar.
- Dies bedeutet, dass die Daten für zwei oder mehr Sequenzerfassungen im selben Unterverzeichnis gespeichert werden können.

- Es werden keine Sequenzmethoden (.M) oder Kopien der Sequenzdatei (.S) mit den Daten gespeichert, sondern nur die Sequenz-Protokolldatei und die Batchdatei (.B). Das heißt, dass nur die Methoden und Sequenzen in den Pfaden, die im Dialogfeld **Preferences** angegeben wurden (siehe “Pfadauswahl” auf Seite 70), verfügbar sind. Sie müssen sowohl für die Erfassung als auch für die Datenprüfung und die erneute Verarbeitung verwendet werden. Sequenz- oder datendateispezifische Methodenänderungen können nur gespeichert werden, indem die Methode unter einem anderen Namen gespeichert wird. Andernfalls werden diese Änderungen auch auf die Erfassungsmethode angewendet.
- Wenn eine mit deaktivierter Erstellung eindeutiger Ordner erfasste Sequenz in die Navigationstabelle geladen wird, ist der Modus für die erneute Verarbeitung in der Ansicht **Data Analysis** nicht verfügbar (Abbildung 24 auf Seite 116). Sequenzen, die bei deaktivierter Erstellung eindeutiger Ordner erfasst wurden, können nur in der Ansicht **Method and Run Control** mit der Option **Reprocessing only** unter **Sequence Parameters** erneut verarbeitet werden (Abbildung 25 auf Seite 117).

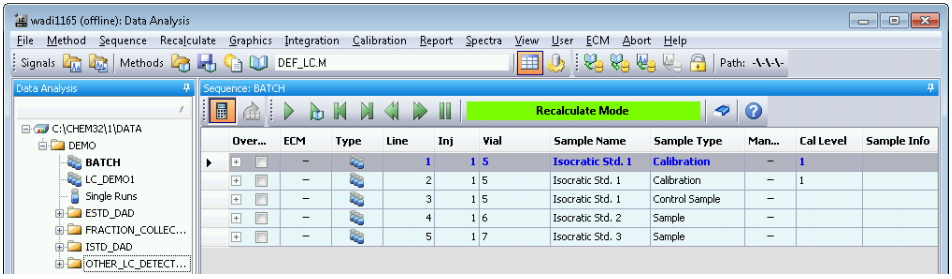

wadi1165 (offline): Data Analysis
File Method Sequence Recalculate Graphics Integration Calibration Report Spectra View User ECM Abort Help
Signals Methods DEF_LC.M Path: .\.\.\.
Data Analysis
Sequence: BATCH
Recalculate Mode
C:\CHEM32\1\DATA
DEMO
BATCH
LC_DEMO1
Single Runs
ESTD_DAD
FRACTION_COLLEC...
ISTD_DAD
OTHER_LC_DETECT...
Over... ECM Type Line Inj Vial Sample Name Sample Type Man... Cal Level Sample Info
1 1 5 Isocratic Std. 1 Calibration – 1
2 1 5 Isocratic Std. 1 Calibration – 1
3 1 5 Isocratic Std. 1 Control Sample –
4 1 6 Isocratic Std. 2 Sample –
5 1 7 Isocratic Std. 3 Sample –

Abbildung 24 Navigationstabelle für Sequenzen, die bei deaktivierter **Unique Folder Creation** erfasst wurden

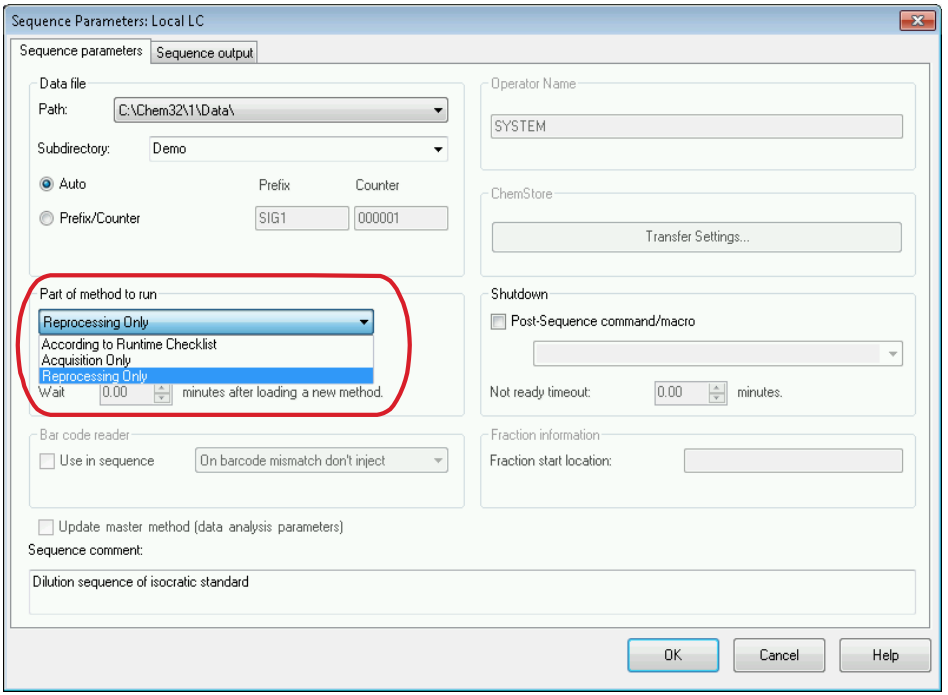


Abbildung 25 Erneute Verarbeitung von Sequenzdaten, die mit der deaktivierten Option **Unique Folder Creation** erfasst wurden

Datendateistruktur bei aktivierter Erstellung eindeutiger Ordner

Es besteht eine enge Verknüpfung zwischen den Rohdaten, der Methode und dem Ergebnissatz, wie in den folgenden Abbildungen zu sehen ist.

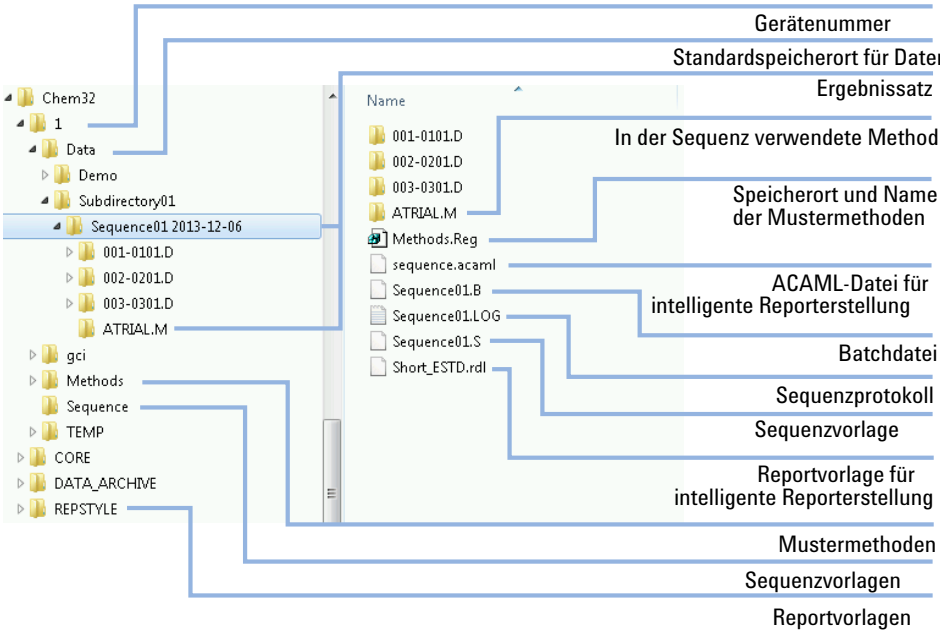


Abbildung 26 Struktur der Sequenzdatendatei bei „Erstellung eindeutiger Ordner EIN“

HINWEIS

Der Ergebnissatz muss immer den vollständigen Satz aller Datendateien (*.D) enthalten. Wenn Sie einen Teil der Datendateien löschen, dann verursacht das Hochladen des Ergebnissatzes zur zentralen Datenspeicherung Probleme. Wenn Sie eine Sequenz kürzen müssen, dann erstellen Sie aus dem reduzierten Satz der Sequenzzeilen einen selbst zusammengestellten Ergebnissatz (siehe “Erstellen eines selbst zusammengestellten Ergebnissatzes” auf Seite 108).

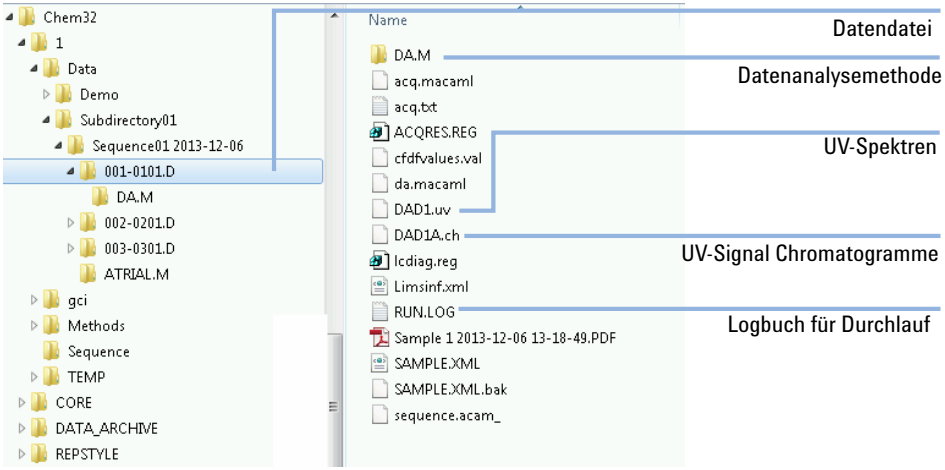


Abbildung 27 Inhalt der Datendatei

Vergabe von Dateinamen in einer Sequenz

In einer Sequenz können Dateinamen folgendermaßen vergeben werden:

- automatisch
- manuell
- mit Präfix/Zähler

Automatische Vergabe von Dateinamen in einer Sequenz

Probenflaschen in Probentellern

Beispielsweise 017-0103.D

Es gilt folgendes Schema:

- Die ersten drei Zeichen sind die Probenflaschennummer, z. B. 017.
- Das vierte Zeichen ist bei der Flüssigchromatographie und der Kapillarelektrophorese ein Bindestrich zur Unterteilung (-), bei der Gaschromatographie entweder ein (F) für Front (vorn) oder ein (B) für Back (hinten).
- Das fünfte und das sechste Zeichen stehen für die Sequenzzeile, die die verwendete Methode angibt, z. B. 01 für die erste Sequenzzeile.
- Das siebte und das achte Zeichen sind die Injektionsnummer für diese Probenflaschen nach Methode aufgeschlüsselt, z. B. 03 für die dritte Injektion.

Proben im Mehrfachprobengeber

Beispielsweise D1F-A3-0201.D

Es gilt folgendes Schema:

- D1F: Position (hier: vorn) des Probentellers im Fach (hier: D1)
- A3: Position der Probe im Probenbehälter
- 0201: Sequenzzeile 2, erste Injektion

Blindläufe

Beispielsweise NV--0499.D

Es gilt folgendes Schema:

- NV steht für „no vial" (keine Probenflasche).
- - ist ein Bindestrich zur Unterteilung.
- 0499 steht für den 99. Blindlauf in Sequenzzeile 4.

Manuelle Vergabe von Dateinamen

Eine Spalte in der Sequenztabelle hat die Beschriftung **Datafile**. Wenn hier nichts eingetragen wird, wird das in den Sequenzparametern angegebene Namensvergabe-Schema (automatisch oder über Präfix-Zähler) verwendet, um den Datendateinamen zu erstellen. Wird in die Spalte **Datafile** Text eingegeben, verwendet ChemStation diesen Text als Dateinamen für den Analysenlauf.

Wenn in einer Zeile mit einem manuell vergebenen Dateinamen für ein Probenfläschchen mehrere Injektionen vorgesehen sind, schneidet ChemStation automatisch Buchstaben vom eingegebenen Namen ab und hängt die Injektionsnummer an. Dies verhindert, dass derselbe Dateiname für mehrere Injektionen vergeben wird.

Vergabe von Dateinamen über einen Präfix-Zähler

Wenn Sie für die Benennung von Datensätzen den Präfix-Zähler verwenden, erstellt ChemStation für jede Analyse einen Namen. Bei Geräten, die Analysen mit Doppelsignalen ermöglichen, wie z. B. dem GC, erstellt ChemStation für jedes Signal einen Dateinamen.

Bei der Einrichtung der Sequenz sind lange Dateinamen für Präfix/Zähler möglich. Der Name einer Datendatei mit Präfix/Zähler kann bis zu fünfzehn Zeichen lang sein, was zusammen mit der Erweiterung „.d“ siebzehn Zeichen ergibt.

Folgende Regeln gelten für das Feld „Präfix/Zähler“:

- Der Zähler darf bis zu 6 Zeichen lang sein
- Wenn ein Präfix kürzer als neun Zeichen ist, wird die Stellenzahl des Zählers automatisch auf 6 Ziffern erhöht
- Die als Zähler angegebene Zahl ist die Startzahl, die hoch gezählt wird

Tabelle 8 Dateinamen

Präfix	Zähler	Ergibt den Dateinamen
long	000001	long000001
longname	000001	longname000001
testwithalongna	1	testwithalongna1

Migration von Ergebnissätzen

ChemStation enthält ein Werkzeug zur Migration von Nicht-Ergebnissatz-Daten in das Ergebnissatz-Format. Zur erfolgreichen Durchführung dieser Aufgabe ist es erforderlich, dass die originale Sequenzdatei noch verfügbar ist. Sie muss alle erforderlichen Sequenzzeilen enthalten und dem Benennungsschema der ursprünglichen Datendatei entsprechen, damit alle Datendateien dieser Sequenz erneut ausgewertet werden können. Des Weiteren müssen alle Methoden in der Spalte „Methode“ der Sequenztabelle verfügbar sein.

Um eine Migration durchzuführen, starten Sie die **Result Set Migration** im Menü **Sequence** der Ansicht **Data Analysis**.

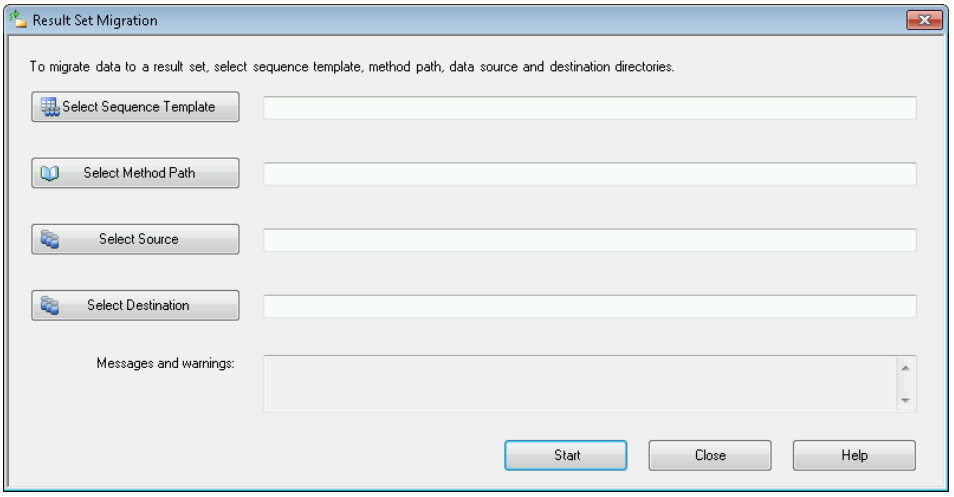


Abbildung 28 Migration von Ergebnissätzen

Füllen Sie die folgenden erforderlichen Felder aus:

Select Sequence Template: Wählen Sie die Sequenzdatei „*.S“ aus, welche die Sequenztabelle enthält, die dem zu migrierenden Datenbestand entspricht.

Select Method Path: Wählen Sie das Verzeichnis aus, in dem sich die Methoden befinden, die in der Sequenztabelle referenziert werden.

Select Source: Wählen Sie das Verzeichnis aus, das die zu migrierenden Datendateien enthält.

Select Destination: Geben Sie den Pfad und Namen des zu erstellenden Ergebnissatzes an. Sie können einen vorhandenen Ordner wählen oder einen neuen erstellen.

Wenn alle Felder ausgefüllt wurden, kann die Migration gestartet werden.

Die folgenden Schritte werden ausgeführt:

- Das Verzeichnis für den Ergebnissatz wird erstellt.
- Die Sequenzvorlage wird in den Ergebnissatz kopiert. Sie wird auch in einen Zustand konvertiert, in dem sie in der Lage ist, Datendateien in der Ansicht **Data Analysis** erneut auszuwerten.
- Die in der Sequenztabelle referenzierten Methoden werden aus dem angegebenen Methodenpfad in den Ergebnissatz-Ordner kopiert.
- Die Datendateien, das Sequenzlogbuch und die Batchdatei werden aus dem Datenquellverzeichnis in das Zielverzeichnis kopiert.
- Entsprechend den Informationen in der Sequenztabelle wird eine Kopie der entsprechenden Methode als DA.M in jede Datendatei kopiert.

Nach Abschluss der Ergebnissatz-Migration wird eine Erfolgsmeldung im Feld **Messages and warnings** angezeigt. Andernfalls beschreibt eine Warnmeldung die bei der Migration aufgetretenen Probleme. Details zu der Warnung erhalten Sie, indem Sie auf die Warnmeldung doppelklicken.

Vorgänge nach der Sequenz

Sie können angeben, was nach dem Ende der planmäßigen Sequenzausführung oder wenn ChemStation während der Ausführung einen Fehler entdeckt, geschehen soll. Für LC-Sequenzen ermöglicht das Aktivieren des Kontrollkästchens „Post-Sequence Cmd/Macro“ im Dialogfeld „Sequence Parameters“ (Sequenzparameter) folgende Wahlmöglichkeiten:

- Aktivieren eines STANDBY-Status mit ausgeschalteten Pumpen und Lampen
- Aktivieren eines LAMPOFF-Status mit ausgeschalteten Lampen (nur LC und CE)
- Aktivieren eines PUMPOFF-Status mit ausgeschalteten Pumpen (nur LC und CE)
- Aktivieren eines SHUTDOWN-Makros oder Modifikation von SHUTDOWN.MAC zur Festlegung bestimmter Operationen.

  So können Sie Ihr System nach der Ausführung der Sequenz ausschalten. Das SHUTDOWN-Makro kann auch zum Reduzieren oder Abschalten der Flussrate benutzt werden.

Im Dialogfeld „Sequence Parameters“ (Sequenzparameter) können Sie die Ausführung eines beliebigen Makros festlegen, indem Sie dessen Namen im Feld „Post-Sequence Cmd/Macro“ eintragen und das Kontrollkästchen aktivieren.

Nicht-bereit-Zeitlimit (nur bei LC und CE)

Der Parameter "Not Ready Timeout" (Nicht-bereit-Zeitlimit) im Dialogfeld "Sequence Parameters" (Sequenzparameter) bestimmt die Zeitdauer, die das System maximal darauf wartet, dass ein Instrument bereit ist. Nach einer Zeitüberschreitung erfolgt eine Abschaltung (Shutdown).

Wartezeit (nur bei LC und CE)

Im Dialogfeld "Sequence Parameters" (Sequenzparameter) kann eine Wartezeit angegeben werden, die nach dem Laden der Methode und vor der ersten Injektion mit dieser Methode verstreicht. Diese kann zur Äquilibrierung der Säulen/Kapillare bei neuen Analysenbedingungen verwendet werden.

Automatische Rekalibrierung

Eine Kalibrierung wird meistens nach einer Änderung der Arbeitsbedingungen, zum Beispiel nach dem Wechsel einer Säule oder Kapillare, durchgeführt. Eine automatische Rekalibrierung wird normalerweise beim Start einer Analysensequenz oder in regelmäßigen Abständen während der Sequenz zur Kompensation von Faktoren durchgeführt, die das analytische Ergebnis beeinflussen.

Zwei Möglichkeiten stehen zur Durchführung einer automatischen Sequenzrekalibrierung zur Verfügung:

- Explizit angegebene Kalibriersequenzen
- Zyklische Kalibriersequenzen

Neukalibrierung im Modus „Erstellung eindeutiger Ordner EIN“

Während der Neukalibrierung wird die Kalibriertabelle der verwendeten Methode gemäß den festgelegten Methodeneinstellungen aktualisiert. Bei Verwendung des Datenspeicherungsmodus „Erstellung eindeutiger Ordner EIN“ sind die neu kalibrierten Methoden im Ergebnissatz vorhanden. Bei diesem Vorgang wird die Kalibriertabelle der Sequenzmethode aktualisiert. Darüber hinaus enthält die DA.M-Methode der einzelnen Datendateien die aktualisierte Kalibrierung, die zur Ergebniserzeugung verwendet wurde.

Neukalibrierung im Modus „Erstellung eindeutiger Ordner AUS“

Während der Neukalibrierung wird die Kalibriertabelle der verwendeten Methode gemäß den festgelegten Methodeneinstellungen aktualisiert. Bei Verwendung des Datenspeicherungsmodus „Erstellung eindeutiger Ordner AUS“ wird die Kalibriertabelle der Mustermethode bei der Neukalibrierung aktualisiert.

Spezifizieren von Neukalibrierungen

Die Parameter zur Neukalibrierung einer Sequenz werden direkt in die Sequenztabelle eingetragen. Diese Parameter legen fest, wie die Methode im Lauf einer Sequenz neu kalibriert wird.

Rekalibrierungsparameter in der Sequenztabelle

Der Responsefaktor und die Retentions-/Migrationszeiten können auf verschiedene Weisen aktualisiert werden. Die Kalibrierstufe und die Aktualisierung des Responsefaktors und der Retentions-/Migrationszeiten sind Anweisungen, die bei der Datenanalyse zur Rekalibrierung der Kalibriertabelle verwendet werden.

Wird in die Spalte „Probentyp" der Probentabelle „Kalibrierung" eingegeben, werden die folgenden Spalten aktiviert und können bearbeitet werden:

- Kalibrierstufe
- RT aktualisieren
- RF aktualisieren
- Intervall

Die Werte, die jeweils in diese Spalten eingegeben werden können, sind in der Tabelle aufgeführt.

Tabelle 9 Die Parameter für die Neukalibrierung in der Sequenztabelle

CAL Level	Update RT (RT aktualisieren)	Update RF (RF aktualisieren)	Interval (Intervall)
Calibration table Level # (1-999) (Kalibriertabelle - Stufe [1-999])	No Update (Keine Aktualisierung)	No Update (Keine Aktualisierung)	Cyclic recalibration interval # (1-999) (Zyklisches Neukalibrierungsintervall ([1-999])
	Average (Mittelwert)	Average (Mittelwert)	Blank (Leerprobe)
	Replace (Ersetzen)	Replace (Ersetzen)	
		Bracket (Klammer)	
		Delta%	

Die Tabelle zeigt die Spalten in der Sequenztabelle, die die Rekalibrierungsparameter enthalten sowie die Werte, die eingetragen werden können.

Keine Aktualisierung

Der Responsefaktor bzw. die Retentions-/Migrationszeit wird nicht geändert.

Ersetzen

Nur die vorherige Retentions-/Migrationszeit und Response (Fläche oder Höhe) werden durch die Werte aus dem aktuellen Lauf ersetzt. Die Response wird für Peaks, die nicht Teil dieses Rekalibrierungslaufs sind, nicht verändert.

Mittelwert

Auf der Grundlage des ursprünglichen Kalibrierungslaufs und aller seitdem durchgeführten und gemittelten Rekalibrierungsläufe wird für jeden Peak der Mittelwert für die Retentions-/Migrationszeit und die Response (Fläche oder Höhe) gebildet. Wenn ein Peak bei einer der Rekalibrierungen fehlt, wird die gemittelte Response für den Peak davon nicht beeinträchtigt.

Umschließen

Die Probenläufe werden von Kalibrierungen vor und nach den Probenläufen wie von einer Klammer umschlossen. Die Auswertung erfolgt, wenn der Lauf der letzten Kalibrierungsprobe der „schließenden Klammer" beendet ist. Die vorliegenden Kalibrierungsdaten werden durch die Ergebnisse des Kalibrierungslaufs der „öffnenden Klammer" ersetzt. Die Kalibrierungen der „schließenden Klammer" werden gemäß dieser Kalibrierungstabelle gemittelt.

Intervall

Das Intervall gibt an, wie oft während einer Sequenz eine Kalibrierung erfolgt. Die Kalibrierungshäufigkeit entspricht der Anzahl Probeninjektionen, die vor der nächsten Folge von Kalibrierungsinjektionen durchgeführt werden. Zu Beginn der Analyse wird eine Kalibrierung vorgenommen und die Ergebnisse (Responsefaktoren) werden in die Kalibrierungstabelle eingegeben. Diese Ergebnisse werden anschließend für die darauf folgenden quantitativen Berechnungen verwendet. Nach der vorgegebenen Anzahl von Injektionen wird eine weitere Kalibrierung durchgeführt und die Ergebnisse werden wieder in die Kalibrierungstabelle eingegeben. Dabei werden die Ergebnisse des vorhergegangenen Kalibrierungslaufs überschrieben.

Abweichung (%)

Die Berechnung der prozentualen Abweichung ermöglicht den Vergleich der Responsefaktoren aus einer Analyse mit Responsefaktoren, die manuell in eine Kalibrierungstabelle eingegeben wurden. Die prozentuale Abweichung wird anschließend auf alle kalibrierten Peaks in der Tabelle angewendet. Sie können verschiedene interne Standards angeben, deren ermittelte Responsefaktoren dann verwendet werden, um neue Responsefaktoren für die anderen Peaks zu errechnen. Außerdem können Sie festlegen, welche internen Standards zur Berechnung der prozentualen Abweichung für die einzelnen Peaks in der Kalibrierungstabelle eingesetzt werden.

Sequenztypen

Wenn Sie eine Sequenz vorbereiten, können Sie die folgenden Sequenztypen verwenden:

- Explizit angegebene Kalibriersequenzen
- Explizite Kalibriersequenzen für einstufige Kalibrierung
- Zyklische Kalibriersequenzen für mehrstufige Kalibrierung
- Explizite und zyklische Kalibrierungen in derselben Sequenz
- Zyklische Kalibriersequenzen mit umschließenden Kalibrierungen

HINWEIS

Nachdem die Sequenz an die Analysenwarteschlange gesendet wurde, werden alle Sequenzen einschließlich der Sequenzen mit umschließenden Kalibrierungen zu explizit angegebenen Kalibriersequenzen. Siehe "Ausführen einer Sequenz" auf Seite 102.

Während des Durchlaufs zeigt die Sequenztabelle die Injektionen einfach in der Reihenfolge an, in der sie durch das Gerät ausgewertet werden. Wenn Sie während des Durchlaufs eine Probe hinzufügen, wandern alle nachfolgenden Proben einschließlich der Kalibrierproben in der Sequenztabelle nach unten.

Explizite Kalibriersequenzen

Dieser Sequenztyp führt eine Neukalibrierung in den Intervallen durch, die Sie in der Sequenztabelle eingegeben haben.

Zur Durchführung expliziter Kalibriersequenzen werden die Kalibrierproben in die Sequenz eingegeben, ohne dass ein Eintrag für ein Intervall in der Sequenztabelle erfolgt. Eine Neukalibrierung wird mit jeder in der Sequenztabelle eingetragenen Kalibrierprobe durchgeführt.

Zyklische einstufige Kalibriersequenzen

Dieser Sequenztyp entnimmt in regelmäßigen Abständen Kalibrierlösung aus derselben Probenflasche.

Das Intervall in der Sequenztabelle legt fest, wie oft die Neukalibrierung durchgeführt wird. Ein Intervall von 2 führt zu einer Neukalibrierung nach jeweils zwei analysierten Proben der Sequenz.

Zyklische Kalibriersequenzen für mehrstufige Kalibrierung

Dieser Sequenztyp benutzt mehrere Kalibrierproben zur Rekalibrierung einer Mehrpunktkalibriermethode.

Das folgende Beispiel beschreibt eine Sequenz, die aus den beiden Methoden A und B zur Kalibrierung besteht und mit der zwei verschiedene Probengruppen analysiert werden. Beide Methoden sind Mehrpunktkalibrierungen die in definierten Intervallen automatisch rekalibriert werden.

Für jede Methode existieren drei Einträge in der Sequenztabelle:

- Zwei Kalibrierpunkte:
  - Sequenzzeilen 1 und 2 in Methode A.
  - Sequenzzeilen 8 und 9 in Methode B.
- Fünf Einträge für Proben:
  - Sequenzzeilen 3 bis 7 für Methode A.
  - Sequenzzeilen 10 bis 14 für Methode B.

Die Angabe der regelmäßigen Intervalle erfolgt durch Einträge unter „Recalibration Interval“ in der Rekalibriertabelle der Sequenz.

- Methode A wird nach der Vermessung von jeweils 2 Proben rekalibriert.
- Methode B wird nach der Vermessung von jeweils 3 Proben rekalibriert.

Die unten aufgeführte Sequenztabelle ist zur Vereinfachung des Beispiels verkürzt.

Tabelle 10 Sequenztabelle für Methode A und Methode B

Zeile	Probenposition	Methodenname	Inj/ Probenpos.	Probentyp	Kalibrier-stufe	RF aktualisieren	RT aktualisieren	Kalib.-Intervall
1	1	Methode A	1	Kalibrierung	1	Mittelwert	Keine Aktualisierung	2
2	2	Methode A	1	Kalibrierung	2	Mittelwert	Keine Aktualisierung	2
3	10	Methode A	1					
4	11	Methode A	1					
5	12	Methode A	1					
6	13	Methode A	1					
7	14	Methode A	1					
8	3	Methode B	1	Kalibrierung	1	Mittelwert	Keine Aktualisierung	3
9	5	Methode B	2	Kalibrierung	2	Mittelwert	Keine Aktualisierung	3
10	20	Methode B	1					
11	21	Methode B	1					
12	22	Methode B	1					
13	23	Methode B	1					
14	24	Methode B	1					

Analysenfolge der Methode A

Methode A ist der erste Teil der Sequenz mit zwei Methoden.

Tabelle 11 Analysenfolge der Methode A

Inj.-Nr.	Methode	Vial (Probenflasche)	Operation
1	Methode A	1	Level 1 und Report
2	Methode A	2	Level 2 und Report
3	Methode A	10	Analysenlauf und Report
4	Methode A	11	Analysenlauf und Report
5	Methode A	1	Level 1 und Report
6	Methode A	2	Level 2 und Report
7	Methode A	12	Analysenlauf und Report
8	Methode A	13	Analysenlauf und Report
9	Methode A	1	Level 1 und Report
10	Methode A	2	Level 2 und Report
11	Methode A	14	Analysenlauf und Report

Analysenfolge der Methode B

Methode B ist der zweite Teil der Sequenz mit zwei Methoden. Methode B unterscheidet sich von Methode A darin, dass es zwei Injektionen pro Probenflasche für die Kalibrierstufe 2 gibt. Das Intervall ist auf 3 eingestellt.

Tabelle 12 Analysenfolge der Methode B

Inj.-Nr.	Methode	Vial (Probenflasche)	Operation
12	Methode B	3	Level 1 und Report
13	Methode B	5	Level 2 und Report
14	Methode B	5	Level 2 und Report
15	Methode B	20	Analysenlauf und Report
16	Methode B	21	Analysenlauf und Report
17	Methode B	22	Analysenlauf und Report
18	Methode B	3	Level 1 und Report
19	Methode B	5	Level 2 und Report
20	Methode B	5	Level 2 und Report
21	Methode B	23	Analysenlauf und Report
22	Methode B	24	Analysenlauf und Report

Bitte beachten Sie, dass die in Tabelle 11 auf Seite 132 und Tabelle 12 auf Seite 133 gezeigten Ergebnisse durch die Verwendung von „Teilsequenz“ erhalten werden können. Nach der Erstellung der Sequenztabelle kann eine Vorschau des Laufs angezeigt werden.

Kombination aus expliziter und zyklischer Kalibrierung

Dieser Sequenztyp besteht aus expliziten und zyklischen Kalibrierungen in derselben Sequenz.

Diese Möglichkeit erlaubt Ihnen eine komplette Neukalibrierung der Methode zu Beginn einer Sequenz (*explizite Neukalibrierung*) und danach die Aktualisierung der Kalibrierung (*zyklische Neukalibrierung*) während der Sequenz.

- *Für jede Kalibrierstufe in der Sequenztabelle müssen zwei Zeilen für die Kalibrierung angegeben werden.* Eine Zeile enthält die Einträge für die explizite, die andere die für die zyklische Neukalibrierung.
- Die Sequenztabelle *muss* Einträge für jede Kalibrierzeile aufweisen. Alle Probenflaschen der zyklischen Neukalibrierungen *müssen* vor den Einträgen der expliziten Neukalibrierung und der Proben selbst eingetragen werden.

Beispiel

Die unten dargestellte Sequenztabelle zeigt eine Methode mit Einpunktkalibrierung namens SimpReg. Sie ist zur Vereinfachung des Beispiels verkürzt.

Tabelle 13 Sequenztabelle für SIMPREG

Zeile	Proben-position	Methodenname	Inj/ Probenpos.	Probentyp	Kalibrier-stufe	RF aktualisieren	RT aktualisieren	Kalib.-Intervall
1	1	SimpReg	1	Kalibrierung	1	Mittelwert	Mittelwert	3
2	1	SimpReg	1	Kalibrierung	1	Ersetzen	Ersetzen	
3	2	SimpReg	1					
4	3	SimpReg	1					
5	4	SimpReg	1					
6	5	SimpReg	1					
7	6	SimpReg	1					

Es sind zwei Einträge für die Einpunktkalibrierung vorhanden.

- Die erste Kalibrierzeile ist für die gleiche Kalibrierstufe, bildet aber die Mittelwerte der Kalibrierparameter. Der Intervaleintrag gibt an, dass nach jeweils drei Proben eine Rekalibrierung durchgeführt wird.
- Der zweite Eintrag ersetzt alle Rekalibrierungsparameter, d. h. es erfolgt eine vollständige Rekalibrierung. Es verfügt über *kein* Rekalibrierungsintervall.

Sequenztabelle

Die Sequenztabelle besteht aus sieben Zeilen. Die erste Zeile spezifiziert die Probe zur zyklischen Rekalibrierung. Die zweite Zeile spezifiziert die explizite Rekalibrierung, die lediglich zu Beginn der Sequenz einmal durchgeführt wird. Die dritte bis siebte Zeile spezifiziert die zu analysierenden Proben.

Die Reihenfolge der Einträge in die Sequenztabelle ist sehr wichtig. Alle Einträge zu Probenfläschchen für zyklische Rekalibrierungen *müssen vor* den Einträgen der Proben oder den Einträgen zur expliziten Rekalibrierung der Methode stehen.

Analysenfolge gemäß der Methode „SimpReg“

Die nachstehende Tabelle beschreibt die Analysenfolge für die SimpReg-Methode.

Tabelle 14 Analysenfolge der Methode „SimpReg“

Seq.-Zeile	Inj.-Nr.	Methode	Vial (Probenflasche)	Operation
2	1	SimpReg	1	Einfache Kalibrierung
1	2	SimpReg	1	Regelmäßige Kalibrierung
3	3	SimpReg	2	Analysenlauf
3	4	SimpReg	3	Analysenlauf
4	5	SimpReg	4	Analysenlauf
5	6	SimpReg	1	Regelmäßige Kalibrierung
6	7	SimpReg	5	Analysenlauf
7	8	SimpReg	6	Analysenlauf

Umschließende zyklische Kalibrierungssequenzen

Die Kalibriertabelle zur quantitativen Auswertung der Probe wird bei einer zyklisch kalibrierten Sequenz durch Mittelwertbildung aus den Ergebnissen der aktuellen und der vorherigen Kalibrierung gewonnen. Diese neue Kalibriertabelle stellt eine exaktere Berücksichtigung des Response des Instruments zum Zeitpunkt der Probenanalyse dar.

Beispiel

Folgende Situation soll betrachtet werden:

- Das Analyseninstrument zeigt einen Response mit Drift.
- Es werden drei Injektionen identischer Mischungen mit zwei Substanzen durchgeführt.
- Zwei dieser Injektionen werden als Kalibrierproben, eine weitere als Probe spezifiziert.
- Die erste und die dritte Injektion sind die Kalibrierproben.
- Die zweite Injektion ist eine Probe.

Zur Berechnung eines möglichst exakten Ergebnisses für die zweite Injektion (die Probe) muss zwischen den beiden Kalibrierungen eine Interpolation durchgeführt werden, wie im Folgenden dargestellt. Dieser Prozess wird als umschließende Kalibrierung (Bracketing) bezeichnet.

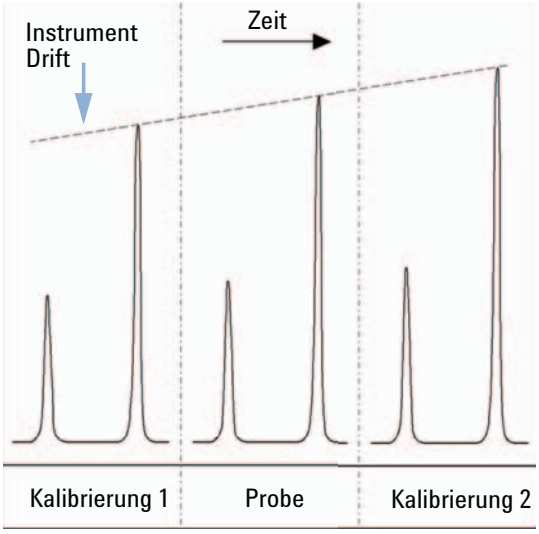


Abbildung 29 Umschließende Kalibrierung

Arbeitsschritte einer umschließenden Kalibrierung

- Die ersten Probenflaschen der Kalibrierung werden analysiert.
- Die Proben werden analysiert.
- Die nächsten Kalibrierproben werden analysiert.
- In der Kalibriertabelle werden die Responsefaktoren durch Mittelwertbildung aus den Ergebnissen der umschließenden Kalibrierung berechnet und ersetzen die alten Werte.
- Die Datendateien der Proben werden ausgewertet und die Reporte werden erstellt.
- Die Sequenz kehr zu Schritt 2 zurück, falls weitere Proben analysiert werden müssen.

Beispiel

In diesem Abschnitt wird eine umschließende Kalibrierung beschrieben, die gemäß der Brack.M-Methode durchgeführt wird. Diese Methode verwendet zwei Kalibrierstufen, einen internem Standard und die zyklische Kalibrierung.

Sequenztabelle

Die Sequenztabelle für die Methode Brack.M (nächste Seite) ist zur Vereinfachung des Beispiels verkürzt dargestellt. Sie besteht aus sieben Zeilen. Die ersten zwei Zeilen definieren die Bedingungen für jede Stufe der Rekalibrierung. In den verbleibenden Zeilen werden die zu analysierenden Proben definiert.

Die Sequenztabelle für die Methode Brack.M besteht aus:

- Dem Eintrag „Umschließen“ in der Spalte „Responsefaktor aktualisieren“, wodurch die Umschließung der Proben mit Kalibrierungsproben spezifiziert wird.
- Dem Eintrag „Ersetzen“ in der Spalte „Retentions-/Migrationszeiten aktualisieren“, wodurch Retentions- bzw. Migrationszeiten ersetzt werden.
- Dem Eintrag „3“ in der Spalte „Recalib Interval“, wodurch eine Rekalibrierung nach jeweils drei Proben spezifiziert wird.

Tabelle 15 Sequenztabelle für BRACK-M

Zeile	Proben-position	Methodenname	Inj/ Probenpos.	Probentyp	Kalibrier-stufe	RF aktualisieren	RT aktualisieren	Kalib.-Intervall
1	1	BRACK-M	2	Kalibrierung	1	Umschließen	Ersetzen	3
2	2	BRACK-M	2	Kalibrierung	2	Umschließen	Ersetzen	3
3	10	BRACK-M	1					
4	11	BRACK-M	1					
5	12	BRACK-M	1					
6	13	BRACK-M	1					
7	14	BRACK-M	1					

Run No.	Method Name	Vial No.	Inj No.	DataFile Name	Lvl No.	Upd RF	Upd Ret	Operation
1	Brack.M	1	1	c1-03001.d	1	R	R	Report for Calibration Run No.1
2	Brack.M	1	2	c1-03002.d	1	A	R	Report for Calibration Run No.2
3	Brack.M	2	1	c2-03001.d	2	R	R	Report for Calibration Run No.3
4	Brack.M	2	2	c2-03002.d	2	A	R	Report for Calibration Run No.4
								Print Calibration Table
5	Brack.M	10	1	010-0301.d				Sample Analysis, no report
6	Brack.M	11	1	011-0301.d				Sample Analysis, no report
7	Brack.M	12	1	012-0301.d				Sample Analysis, no report
8	Brack.M	1	1	c1-03003.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
9	Brack.M	1	2	c1-03004.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
10	Brack.M	2	1	c2-03003.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
11	Brack.M	2	2	c2-03004.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
								Print Calibration Table
				010-0301.d				Report for Sample Run No.5
				011-0301.d				Report for Sample Run No.6
				012-0301.d				Report for Sample Run No.7
				c1-03003.d	1	R		Report for Calibration Run No.8
				c1-03004.d	1	A		Report for Calibration Run No.9
				c2-03003.d	2	R		Report for Calibration Run No.10
				c2-03004.d	2	A		Report for Calibration Run No.11
12	Brack.M	13	1	013-0301.d				Sample Analysis, no report
13	Brack.M	14	1	014-0301.d				Sample Analysis, no report
14	Brack.M	1	1	c1-03005.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
15	Brack.M	1	2	c1-03006.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
16	Brack.M	2	1	c2-03005.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
17	Brack.M	2	2	c2-03006.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
								Print Calibration Table
				013-0301.d				Report for Sample Run No.12
				014-0301.d				Report for Sample Run No.13
				c1-03005.d	1	R		Report for Calibration Run No.14
				c1-03006.d	1	A		Report for Calibration Run No.15
				c2-03005.d	2	R		Report for Calibration Run No.16
				c2-03006.d	2	A		Report for Calibration Run No.17

Where A = average
R = replace

Abbildung 30 Analysenfolge umschlossener Sequenzen

Sequenzen für die zyklische Neukalibrierung mit mehreren Probenflaschen, die dieselbe Standardverdünnung enthalten

Zyklische Neukalibrierungssequenz mit "Round-Robin"-Kalibrierflaschen

Wenn Sie eine lange Sequenz mit zyklischer Neukalibrierung ausführen, d. h. eine automatische Neukalibrierung nach einer festen Anzahl von Probeninjektionen durchführen, besteht die Gefahr, dass die Kalibrierflaschche im Lauf der Sequenz geleert wird. Die Sequenztabelle der ChemStation bietet die Möglichkeit, eine Reihe von Probenflaschen mit derselben Standardverdünnung *zyklisch nacheinander* (Round Robin) zu verwenden.

Über diese Möglichkeit lassen sich lange Sequenzen mit automatischen Neukalibrierläufen nach festen Intervallen definieren, bei denen die Kalibriersubstanzen für jede Stufe aus mehreren Probenflaschen entnommen und gleichmäßig verbraucht werden.

Wenn Sie die passende Anzahl von Kalibrierflaschen einsetzen, wird jede Kalibrierflasche nur einmal verwendet. Dies ist besonders in solchen Fällen erforderlich, bei denen für jede Neukalibrierung eine neue Kalibrierflasche verwendet werden muss, weil das Analyt entweicht oder reagieren können. Der folgende Abschnitt beschreibt, wie die Sequenztabelle der ChemStation ausgefüllt werden muss, um diese Anforderungen zu erfüllen.

Ermitteln Sie über die Anzahl der Kalibrierungen innerhalb einer Sequenz die Menge an Kalibrierflaschen für jede Stufe.

Legen Sie für jede Kalibrierflasche eine gesonderte Zeile für die zyklische Neukalibrierung an. Informationen für dieselbe Kalibrierstufe müssen in angrenzenden Zeilen der Sequenztabelle stehen und auch die festgelegten Positionen der Kalibrierflaschen müssen nebeneinander liegen. Wählen Sie für alle Kalibrierzeilen identische Intervalle für die Neukalibrierung. Wenn Ihre Sequenz beispielsweise alle 6 Probeninjektionen eine Kalibrierung durchführen soll, müssen Sie das Neukalibrierintervall auf 6 stellen.

Tabelle 16 Zyklische Neukalibrierungssequenz mit drei Probenflaschen für jede Kalibrierstufe

Probenfl-aschen-Nr.	Probenname	Probentyp	Methodenname	Anz. Inj.	Stufe	Upd RT	Upd RF	Intervall
1	Kal1a	Kalibrierung	Methode A	1	1	Mittelwert	Mittelwert	6
2	Kal1b	Kalibrierung	Methode A	1	1	Mittelwert	Mittelwert	6
3	Kal1c	Kalibrierung	Methode A	1	1	Mittelwert	Mittelwert	6
5	Kal2a	Kalibrierung	Methode A	1	2	Mittelwert	Mittelwert	6
6	Kal2b	Kalibrierung	Methode A	1	2	Mittelwert	Mittelwert	6
7	Kal2c	Kalibrierung	Methode A	1	2	Mittelwert	Mittelwert	6
10	Probe 10	Probe	Methode A	6				
11	Probe 11	Probe	Methode A	6				
12	Probe 12	Probe	Methode A	6				
13	Probe 13	Probe	Methode A	6				
14	Probe 14	Probe	Methode A	6				

Die Proben werden in folgender Reihenfolge abgearbeitet:

- Probenflasche 1 (Kal1a)
- Probenflasche 5 (Kal2a)
- 6 Injektionen aus Probenflasche 10 (Probe 10)
- Probenflasche 2 (Kal1b)
- Probenflasche 6 (Kal2b)
- 6 Injektionen aus Probenflasche 11 (Probe 11)
- Probenflasche 3 (Kal1c)
- Probenflasche 7 (Kal2c)
- 6 Injektionen aus Probenflasche 12 (Probe 12)
- Probenflasche 1 (Kal1a)
- Probenflasche 5 (Kal2a)
- 6 Injektionen aus Probenflasche 13 (Probe 13)
- Probenflasche 2 (Kal1b)
- Probenflasche 6 (Kal2b)
- usw.

Zyklische Neukalibrierung aus verschiedenen Kalibrierflaschen

Um sicherzustellen, dass aus jeder Kalibrierflasche nur einmal injiziert wird, muss in der Sequenz eine ausreichende Zahl von verschiedenen Kalibrierflaschen festgelegt sein, sodass die im vorherigen Beispiel beschriebene *zyklische* Abfolge nicht vorliegt. Wenn in einer Sequenz zum Beispiel 80 Proben analysiert und nach jeweils 10 Proben eine Neukalibrierung erfolgen sollen, muss die Sequenztabelle für jede Stufe 80/10 + 1= 9 Kalibrierzeilen enthalten.

Wie im letzten Beispiel müssen die Zeilen, die aneinander angrenzende Positionen kennzeichnen, auch in der Sequenztabelle benachbart sein.

Umschließende Sequenz mit verschiedenen Kalibrierflaschen vor und nach den Probeninjektionen

Diese Möglichkeit lässt sich auch bei umschließenden Sequenzen anwenden. Durch Angabe des richtigen Probenflaschenbereichs kann eine umschließende Sequenz so definiert werden, dass für den Kalibrierlauf vor den Proben andere Probenflaschen verwendet werden als für den Lauf nach den Proben. Auch in diesem Fall müssen die Kalibrierzeilen innerhalb der Sequenz wie auch die Positionen der Kalibrierflaschen aneinandergrenzen.

Ob die Kalibrierflaschen für die umschließende Sequenz zyklisch nacheinander oder nur einmal injiziert werden, hängt allein von der Anzahl der Kalibrierflaschen für jede Stufe und davon ab, wie häufig innerhalb der Sequenz neu kalibriert werden soll.

Im folgenden Beispiel sind 3 Injektionen mit umschließender Kalibrierung definiert. Die Kalibriersubstanz für den anfänglichen Kalibrierlauf wird aus einer anderen Probenflasche entnommen als die für den abschließenden Kalibrierlauf. Neukalibrierungen sind nach jeder Probeninjektion erforderlich, sodass das Neukalibrierungsintervall 1 sein muss. Die Anzahl der Kalibrierzeilen pro Stufe entspricht der Anzahl der Proben plus 1.

Tabelle 17 Verschiedene Probenflaschen für die Kalibrierläufe vor und nach den Probeninjektionen

Probenfl-aschen-Nr.	Probenname	Probentyp	Methodenname	Anz. Inj.	Stufe	RT aktual.	RF aktual.	Intervall
1	Kal1a	Kalibrierung	Methode A	1	1	Klammer	Klammer	1
2	Kal1b	Kalibrierung	Methode A	1	1	Klammer	Klammer	1
3	Kal1c	Kalibrierung	Methode A	1	1	Klammer	Klammer	1
4	Kal1d	Kalibrierung	Methode A	1	1	Klammer	Klammer	1
10	Probe 10	Probe	Methode A	1				
11	Probe 11	Probe	Methode A	1				
12	Probe 12	Probe	Methode A	1				

Die Sequenz wird in folgender Reihenfolge analysiert:

- Probenflasche 1 (Kal1a), Kalibrierlauf vor dem 1. Probensatz
- Probenflasche 10 (Probe 10)
- Probenflasche 2 (Kal1b), Kalibrierlauf nach dem 1. und vor dem 2. Probensatz
- Probenflasche 11 (Probe 11)
- Probenflasche 3 (Cal1c), Kalibrierlauf nach dem 2. und vor dem 3. Probensatz
- Probenflasche 12 (Probe 12)
- Probenflasche 4 (Kal1d), Kalibrierlauf nach dem 3. Probensatz

5 Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner

Unterstützte Arbeitsabläufe 146
Verwenden der Analysenwarteschlange 148
Einzelproben in der Analysenwarteschlange 149
Sequenzen in der Analysenwarteschlange 149
Pausen in der Analysenwarteschlange 150
Verwenden des Warteschlangenplaners 151

In diesem Kapitel werden die Konzepte der Analysenwarteschlange und des Warteschlangenplaners beschrieben. Das Kapitel erläutert, wie Einzelproben, Sequenzen oder Pausen zur Analysenwarteschlange hinzugefügt werden.

Unterstützte Arbeitsabläufe

Die Analysenwarteschlange steuert alle Analysen in ChemStation:

- Wann immer der Befehl **Laufsteuerung > Methode ausführen** oder **Laufsteuerung > Sequenz ausführen** verwendet wird, um eine Methode oder Sequenz auszuführen, wird das Element zuerst der Analysenwarteschlange zugefügt und dann automatisch von dort aus gestartet. Wenn sich die Analysenwarteschlange zurzeit im Pausenmodus befindet, wird das Element in erster Position in die Warteschlange gestellt, gefolgt von einer warteschlangenfähigen Pause. Auf diese Weise geht das Analysengerät wieder in den Pause-Status, nachdem die Ausführung abgeschlossen wurde.
- Mit der Analysenwarteschlange können Sie eine Reihe von Proben und Sequenzen zusammen mit weiteren Parametern terminieren. Mithilfe des Befehls **Laufsteuerung > Methode in Warteschlange stellen...** oder **Laufsteuerung > Sequenz in Warteschlange stellen...** können der Warteschlange Proben oder Sequenzen hinzugefügt werden. Mit der Analysenwarteschlange können Sie länger dauernde Aufgaben, wie beispielsweise Arbeiten über Nacht oder am Wochenende, automatisieren. Zusätzlich zu den Proben und Sequenzen können Sie auch Pausen terminieren. In diesen Pausen zeigt ChemStation eine kundenspezifische Nachricht und wartet auf die Bestätigung durch den Benutzer.

Mithilfe des Warteschlangenplaners können Warteschlangenpläne vorab erstellt und zu einem späteren Zeitpunkt in die Analysenwarteschlange gestellt werden.

Folgende Arbeitsabläufe werden unterstützt:

- Analysieren einer Einzelprobe
- Analysieren einer Einzelsequenz
- Warteschlangenbetrieb einer Einzelprobe
- Warteschlangenbetrieb einer einzelnen Sequenz
  - **a** Auswählen einer klassischen ChemStation Sequenzvorlage oder einer Easy Sequence Vorlage
  - **b** Bearbeiten oder Prüfen der Sequenztabelle
  - **c** Bearbeiten oder Prüfen der Sequenzparameter
  - **d** Speichern der Einstellungen

e Hinzufügen der Sequenz zur Warteschlange

- Ändern der Analysenwarteschlange
- Vorbereiten eines Warteschlangenplans
- Hinzufügen eines vordefinierten Sequenzsatzes zur Analysenwarteschlange
  a Auswählen eines Warteschlangenplans
  b Hinzufügen des Plans zur Analysenwarteschlange

Sie können in der Verlaufswarteschlange immer sehen, welche Analysen bereits auf dem aktuellen Gerät ausgeführt wurden sind.

Die Analysenwarteschlange und der Warteschlangenplaner stehen nur in Online-Sitzungen von ChemStation in der Ansicht **Method and Run Control** zur Verfügung.

Verwenden der Analysenwarteschlange

Die Analysenwarteschlange befindet sich in den beiden Registern **Instrument Control** und **Run Queue**. Im Register Gerätesteuerung können Sie die Analysenwarteschlange mithilfe des Befehls **Ansicht > Analysenwarteschlange** ein- oder ausblenden.

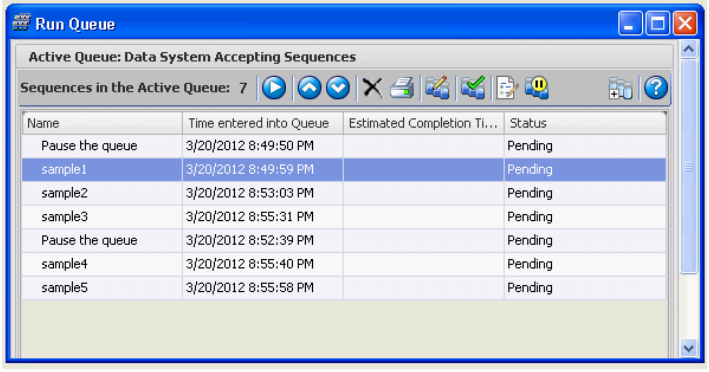

Run Queue
Active Queue: Data System Accepting Sequences
Sequences in the Active Queue: 7
Name
Time entered into Queue
Estimated Completion Ti...
Status
Pause the queue 3/20/2012 8:49:50 PM Pending
sample1 3/20/2012 8:49:59 PM Pending
sample2 3/20/2012 8:53:03 PM Pending
sample3 3/20/2012 8:55:31 PM Pending
Pause the queue 3/20/2012 8:52:39 PM Pending
sample4 3/20/2012 8:55:40 PM Pending
sample5 3/20/2012 8:55:58 PM Pending

Abbildung 31 Dialogfeld **Run Queue**

Ein Element kann der Warteschlange von vorne oder von hinten zugefügt werden. Solange der Status der Elemente in der Warteschlange "ausstehend" ist, können sowohl die Ausführungsreihenfolge als auch die Eigenschaften des Elements geändert werden. Je nach Optionen der aktiven Warteschlange startet das erste Element in der Warteschlange entweder, wenn das Datensystem bereit ist, oder wenn Sie die Warteschlange wieder aufnehmen.

Die Analysenwarteschlange unterstützt Einzelanalysen, Easy Sequence-Vorlagen und klassische ChemStation-Sequenzen. Lediglich die Elemente Teilsequenzen, Vorzugsproben und direkt vom Gerät aus gestartete Ausführungen lassen sich der Analysenwarteschlange nicht hinzufügen.

Weitere Informationen zu Easy Sequence finden Sie in der Online-Hilfe des Systems. Übungen zum **Easy Sequence Setup** finden Sie in der Online-Hilfe.

Einzelproben in der Analysenwarteschlange

Verwenden Sie das Menü **Laufsteuerung > Methode in Warteschlange stellen...**, um eine Einzelprobe zu einer Warteschlange hinzuzufügen. Im Dialogfeld **Queue Method** können Sie alle Parameter verändern.

Sequenzen in der Analysenwarteschlange

Verwenden Sie das Menü **Laufsteuerung > Sequenz-Warteschlange...**, um eine Sequenz zu einer Warteschlange hinzuzufügen. Sie können die Sequenztabelle und die Sequenzparameter verändern, ohne dabei die aktuell geladene Sequenz zu verändern. Vor dem endgültigen Hinzufügen der Sequenz zur Warteschlange können Sie mittels Dialogfeld auswählen, ob Sie die Sequenz zur Warteschlange hinzufügen oder als eine neue Sequenzvorlage speichern möchten.

Das Dialogfeld **Finish Queue Sequence** enthält auch das Kästchen **Delete temporary Sequence Template after completion**. ChemStation bewahrt stets eine Kopie der Sequenzvorlage im Warteschlangenbetrieb in einem temporären Verzeichnis auf. Diese temporäre Sequenzvorlage wird verwendet, um die Sequenz von der Warteschlange aus zu analysieren. Da die gleiche Sequenz mehrmals mit verschiedenen Parametern in den Warteschlangenbetrieb gestellt werden kann, benötigt ChemStation für jedes Element im Warteschlangenbetrieb eine separate Kopie.

Je nach Status des Kästchens wird diese temporäre Sequenzvorlage beim Übergang zum nächsten Element in der Warteschlange aufbewahrt oder gelöscht. Sie können das Kästchen standardmäßig aktivieren oder deaktivieren, je nach den Einstellungen für **Unique Folder Creation** (siehe “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113):

- Bei **Unique Folder Creation OFF**:

  Das Kästchen **Delete temporary Sequence Template after completion** ist standardmäßig deaktiviert.

  Wenn Sie die Daten erneut verarbeiten möchten, dann benötigen Sie die Sequenzvorlage. Daher empfehlen wir Ihnen, eine Kopie dieser Datei aufzubewahren. Standardmäßig wird diese unter Chem32\<Gerät>\SEQUENZ gespeichert.

- Bei **Unique Folder Creation ON**:

  Das Kästchen **Delete temporary Sequence Template after completion** ist standardmäßig aktiviert.

  Alle benötigten Informationen für die erneute Verarbeitung sind bereits in dem Ergebnissatz verfügbar. Daher benötigen Sie keine Kopie der temporären Sequenzvorlage. Wenn Sie jedoch das Kästchen aktivieren, dann wird standardmäßig unter **Chem32\<instrument>\TEMP\AESEQ** eine Kopie gespeichert.

Pausen in der Analysenwarteschlange

Um eine Pause in die Warteschlange einzufügen, klicken Sie in der Symbolleiste Analysenwarteschlange auf **Add Pause to Queue**. In diesen Pausen zeigt ChemStation eine kundenspezifische Nachricht und wartet auf die Bestätigung durch den Benutzer.

Verwenden des Warteschlangenplaners

Mit dem Warteschlangenplaner können Sie einen geordneten Sequenzsatz (Easy Sequence Vorlage *.es oder klassische ChemStation Sequenzvorlagen *.s) oder Pausen vorbereiten. Der gesamte Warteschlangenplan kann der Analysenwarteschlange entweder von vorne oder von hinten zugefügt werden.

Der Warteschlangenplan wird als *.qpl Datei gespeichert. Sie öffnen den Warteschlangenplaner in der Ansicht **Method and Run Control** über das Menü **Laufsteuerung > Warteschlangenplaner...**.

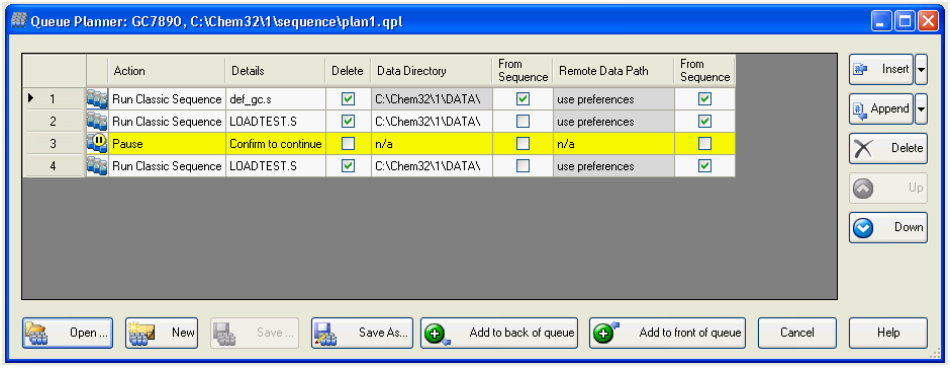


Abbildung 32 Warteschlangenplaner

Wenn Sie der Analysenwarteschlange eine Pause hinzufügen, können Sie ihre eigene Nachricht in der Spalte **Details** eintragen. Wenn die Sequenz-Warteschlange an eine Pause kommt, dann hält ChemStation an und zeigt die angegebene Nachricht an. Ein Benutzer muss die Nachricht bestätigen, bevor die Warteschlange fortgesetzt werden kann.

Weitere Informationen zur Benutzeroberfläche finden Sie in der Online-Hilfe des Systems.

6 Datenanalyse- und Datenprüfungskonzepte

Datenanalyse 154
- Datenanalysemodi 156
- Neuberechnungsmodus 156
- Letztes-Ergebnis-Modus 159
- Modus für die erneute Verarbeitung 160
- Methoden aktualisieren 164
- Report Viewer für Data Analysis 165

Datenprüfung 169
- Anforderungen für die intelligente Reporterstellung 169
- Datendateiauswahl 170
- Reportvorlagenauswahl 171
- Reportvorschau 171
- Mögliche Arbeitsabläufe zur Datenprüfung 171

Sie können Ihre Daten entweder mit OpenLab CDS ChemStation Edition oder mit der neuen und verbesserten OpenLAB Data Analysis analysieren und überprüfen. In diesem Kapitel werden die Datenanalyse- und Datenprüfungsoptionen von ChemStation erläutert. Weitere Informationen zu OpenLAB Data Analysis finden Sie im Leitfaden OpenLAB Data Analysis - Erste Schritte.

Datenanalyse

Nach der Erfassung können die Daten in der Ansicht **ChemStation Data Analysis** analysiert werden. Wenn Sie die Registerkarte **Data** im ChemStation-Explorer auswählen, können Sie alle Analysenläufe einer Sequenz oder alle Einzelanalysen in einem bestimmten Ordner laden, indem Sie auf das entsprechende Symbol doppelklicken. Der zugehörige Datensatz ist dann in der Navigationstabelle verfügbar.

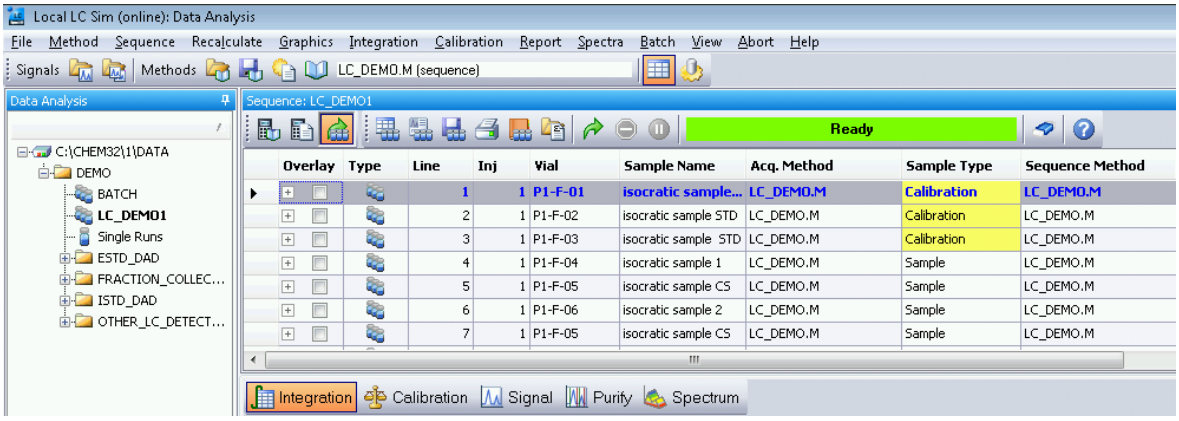

Local LC Sim (online): Data Analysis
File Method Sequence Recalculate Graphics Integration Calibration Report Spectra Batch View Abort Help
Signals Methods LC_DEMO.M (sequence)
Data Analysis
C:\CHEM32\1\DATA
DEMO
BATCH
LC_DEMO1
Single Runs
ESTD_DAD
FRACTION_COLLEC...
ISTD_DAD
OTHER_LC_DETECT...
Sequence: LC_DEMO1
Ready
Overlay Type Line Inj Vial Sample Name Acq. Method Sample Type Sequence Method
1 1 P1-F-01 isocratic sample... LC_DEMO.M Calibration LC_DEMO.M
2 1 P1-F-02 isocratic sample STD LC_DEMO.M Calibration LC_DEMO.M
3 1 P1-F-03 isocratic sample STD LC_DEMO.M Calibration LC_DEMO.M
4 1 P1-F-04 isocratic sample 1 LC_DEMO.M Sample LC_DEMO.M
5 1 P1-F-05 isocratic sample CS LC_DEMO.M Sample LC_DEMO.M
6 1 P1-F-06 isocratic sample 2 LC_DEMO.M Sample LC_DEMO.M
7 1 P1-F-05 isocratic sample CS LC_DEMO.M Sample LC_DEMO.M
Integration Calibration Signal Purity Spectrum

Abbildung 33 Sequenz aus dem ChemStation-Explorer in die Navigationstabelle laden

Der Hauptteil der Navigationstabelle setzt sich aus einer Liste aller Analysenläufe für den Datensatz zusammen. Sie können einen Analysenlauf durch Doppelklicken auf die entsprechende Zeile in der Navigationstabelle in den ChemStation-Speicher laden. Darüber hinaus können Sie durch Rechtsklicken auf eine Analyse weitere Optionen auswählen, z. B. das Laden oder Überlagern bestimmter Signale aus der Datei, das Exportieren der Daten oder das Anzeigen der Erfassungsmethodenparameter.

Sequenzanalysen werden im Modus für die erneute Verarbeitung mit der Sequenzmethode geladen, die während der Erfassung oder erneuten Verarbeitung verwendet wurde. Der Name dieser Methode wird in der Symbolleiste sowie in der Spalte **Sequence Method** in der Navigationstabelle angezeigt. Den Namen der Erfassungsmethode finden Sie in der Spalte **Acq Method**.

Einzelanalysen können mit einer der folgenden Methoden geladen werden, je nach den Einstellungen unter **Preferences > Signal/Review options** (siehe folgende Abbildung):

- Wenn das Kontrollkästchen (1) aktiviert ist und für die Einzelanalyse zuletzt mit einer Methode aus einem der aktuell definierten Mustermethodenpfade eine Analyse bzw. ein Report erstellt wurde, wird die Einzelanalyse zusammen mit dieser Mustermethode geladen. Die Methode wird in der Spalte **Analysis Method** in der Navigationstabelle angezeigt.
- Wenn das Kontrollkästchen (1) deaktiviert ist, werden Einzelanalysen mit der Mustermethode geladen, die zuletzt in ChemStation geladen war.

Den Namen der Erfassungsmethode finden Sie in der Spalte **Acq Method**.

In ChemStation können Sie Standardaktionen festlegen, die automatisch durchgeführt werden, wenn eine Datendatei aus der Navigationstabelle geladen wird. Zu diesen gehören Datenanalyseaufgaben wie die Integration des Chromatogramms direkt nach dem Laden oder das Drucken eines Reports für jede Einzelinjektion (siehe folgende Abbildung).

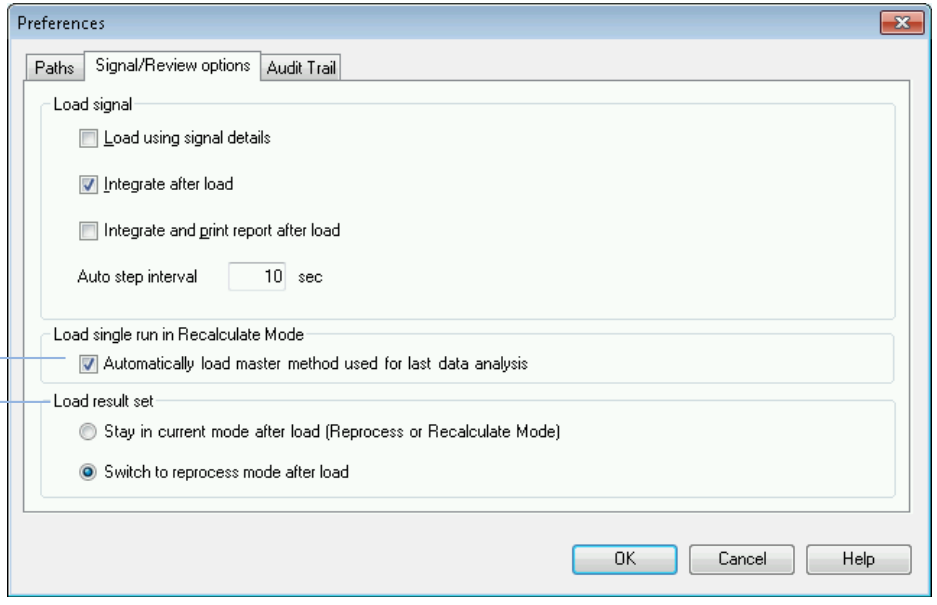


Abbildung 34 Registerkarte **Signal/Review options** des Dialogfelds **Preferences**

Datenanalysemodi

Sie können zwischen den folgenden Datenanalysemodi wählen:

- Neuberechnungsmodus
- Letztes-Ergebnis-Modus
- Modus für die erneute Verarbeitung

Diese Modi sind über das Menü **View** oder über die Werkzeugleiste zugänglich (siehe Abbildung unten).

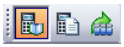


Abbildung 35 Modusauswahl

Die Werkzeugleiste enthält für jeden Modus spezifische Funktionen. Die Modi und ihre zugehörigen Funktionen werden in den folgenden Abschnitten beschrieben. In der Registerkarte **Signal/Review Options** des Dialogfelds **Preferences** können Sie festlegen, welcher Modus beim Laden eines Ergebnissatzes standardmäßig aktiv sein soll (siehe Abbildung 34 auf Seite 155, Ziffer 2).

Neuberechnungsmodus

Nach dem Laden des Analysenlaufs können Sie die Daten überprüfen, d. h. die Datenanalyseparameter anpassen, die Signale integrieren und einen Report drucken. In diesem Fall analysieren Sie den Analysenlauf als Einzelanalyse, ohne die Sequenz zu berücksichtigen oder die Funktionen der Sequenztabelle zu verwenden. Die Navigationstabelle für diesen Datenanalysetyp enthält die Werkzeugleiste, die in der folgenden Abbildung dargestellt ist.

Abbildung 36 Neuberechnungswerkzeugleiste der Navigationstabelle

Über diese Werkzeugleiste können Sie direkt zum Anfang oder Ende der Navigationstabelle wechseln, von einem zum nächsten oder vorherigen Analysenlauf gehen, automatisch die Analysenläufe durchlaufen, den automatischen Durchlauf anhalten, einen Analysenlauf mithilfe einer bestimmten Methode neu berechnen oder die Navigationstabelle löschen.

Bei der Neuberechnung werden die Daten der Analysenläufe einzeln analysiert. Es werden nur die in der Navigationstabelle angezeigten Analysenläufe analysiert. Wenn Sie die Navigationstabelle gefiltert haben, werden nur die tatsächlich in der Tabelle angezeigten Läufe neu berechnet. Die Sortierung der Navigationstabelle wird dabei ebenfalls berücksichtigt.

Sie können die Neuberechnung beispielsweise für die folgenden Arbeitsabläufe verwenden:

- Sie möchten die Datendateien eines Ergebnissatzes mit einer anderen Methode überprüfen, die sich aktuell nicht im Ergebnissatz befindet, z. B. eine Mustermethode, die nicht für die Erfassung verwendet wurde, weil in Ihrem Arbeitsablauf separate Erfassungs- und Datenanalysemethoden verwendet werden.
- Sie haben eine Sequenzmethode bearbeitet und möchten nur bestimmte Analysenläufe mit dieser Methode überprüfen, um herauszufinden, ob diese Parameter auch für andere Analysenläufe angewendet werden können.

Datenanalysemethode für Einzelanalysen

In früheren Versionen wurde im Neuberechnungsmodus nicht automatisch mit jeder Datendatei auch eine Methode geladen. Ab Version C.01.05 können Sie ein Kontrollkästchen markieren, wodurch automatisch die für die letzte Datenanalyse verwendete Mustermethode geladen wird (siehe Abbildung 34 auf Seite 155, Ziffer 1). Wenn dieses Kontrollkästchen aktiviert ist, werden Einzelanalysen zusammen mit der zugehörigen Mustermethode geladen, falls diese Methode noch am angegebenen Ort gespeichert ist.

Mit bestimmter Methode neu berechnen

Mit dieser Funktion können Sie unter Verwendung einer bestimmten Mustermethode die in der Navigationstabelle angezeigten Analysenläufe neu berechnen. Die erforderliche Mustermethode wählen Sie im Dialogfeld **Recalculate With Method** (siehe Abbildung unten). Wenn in der ausgewählten Mustermethode die intelligente Reporterstellung verwendet wird (siehe “Reporterstellung” auf Seite 189), können Sie auch die Reportvorlage für die Einzelinjektionsreports angeben.

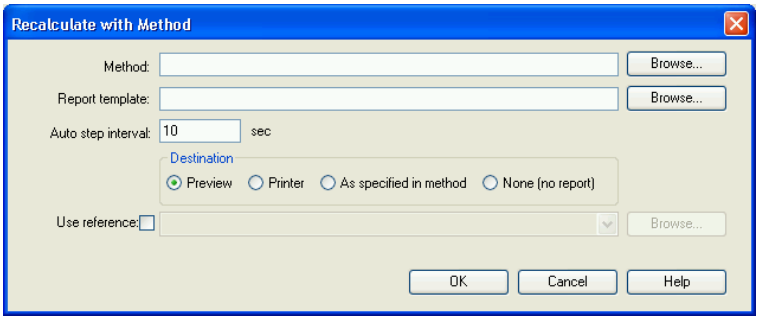


Abbildung 37 Dialogfeld **Recalculate With Method**

Die Dialogfelder **Browse for methods in master paths** und **Browse for templates in master paths** enthalten alle Dateispeicherorte, die Sie in den Voreinstellungen angegeben haben.

HINWEIS

In älteren Versionen von ChemStation konnte die Neuberechnung mit einer bestimmen Methode durchgeführt werden, indem in der Symbolleiste die Option **Use current method**, **Use method from data file** oder **Use sequence method** gewählt wurde.

Wenn Sie das Kontrollkästchen **Use reference** aktivieren, können Sie eine Datendatei angeben, die ein Referenzsignal enthält. ChemStation verwendet dieses Signal zur Berechnung des Signal-Rausch-Verhältnisses gemäß der Definition im europäischen Arzneibuch. Die Dropdown-Liste enthält die Datendateien, die Sie während der aktuellen Sitzung verwendet haben. Sie können mit der Schaltfläche **Browse** jede Datendatei auswählen, die in der Navigationstabelle vorhanden ist. Wenn Sie eine andere Referenzdatei verwenden möchten, müssen Sie sie zuerst der Navigationstabelle hinzufügen.

Die neue Referenz überschreibt die vorhergehende und wird von jetzt an in jedem Report in Signal-Rausch-Berechnungen verwendet. Wenn Sie das Kontrollkästchen **Use reference** aktivieren, jedoch keine Datei auswählen, werden die Referenzangaben für alle neu berechneten Datendateien gelöscht. Es werden von jetzt an keine weiteren Signal-Rausch-Werte mehr berechnet.

Jedes Mal, wenn Sie eine Probe neu berechnen oder einen Report erstellen, wird die Datendateimethode (DA.M) automatisch mit den Datenanalyseparametern der verwendeten Methode aktualisiert. Der Pfad zu der jeweiligen Methode wird als Referenz in der Datendatei gespeichert.

Letztes-Ergebnis-Modus

Abbildung 38 Werkzeugleiste der Navigationstabelle im Letztes-Ergebnis-Modus

In diesem Modus wird für jeden Analysenlauf die Datendateimethode (DA.M) geladen. Eine DA.M ist eine exakte Kopie der Methode, die für die letzte Datenanalyse (während der Erfassung, Neuverarbeitung oder Neuberechnung) verwendet wurde. Selbst wenn die Sequenzmethode in der Zwischenzeit geändert wurde, können Sie das letzte Ergebnis mit der ursprünglich verwendeten Methode reproduzieren. Auf diese Weise können Sie beispielsweise Änderungen verfolgen, die an der Methode in aufeinander folgenden Rekalibrierungsschritten in einem Ergebnissatz vorgenommen wurden.

Der Methodenname in der Symbolleiste lautet „DA.M", was darauf hinweist, dass die Datendateimethode geladen ist. Wenn Sie mit dem Mauszeiger über dieses Feld fahren, werden in einem QuickInfo-Fenster außerdem der vollständige Pfad und der Name der Methode angezeigt. Den Namen der Methode, die zuletzt für die Datenanalyse verwendet und in die DA.M kopiert wurde, sehen Sie auch in der Spalte **Analysis Method** in der Navigationstabelle. In der QuickInfo zu dieser Spalte wird der vollständige Pfad der Methode angezeigt.

HINWEIS

Die DA.M ist normalerweise schreibgeschützt. Sie können sie nicht manuell laden, sondern sie wird von ChemStation im Letztes-Ergebnis-Modus für die Neuberechnung geladen. Sie können sie zwar bearbeiten, aber nicht manuell speichern.

Wenn Sie die Methode verändert haben und einen Report drucken möchten, werden Sie in einem Meldungsfenster zur Bestätigung aufgefordert, da diese Aktion zur Generierung neuer Ergebnisse führt. Nach dem Bestätigen werden die Änderungen mit der letzten verwendeten Datenanalysemethode gespeichert. Dem Methoden-Audit Trail wird ein entsprechender Eintrag hinzugefügt.

Im Letztes-Ergebnis-Modus können Sie die geladene Mustermethode oder eine beliebige andere Mustermethode mit den aktuellen Datenanalyseparametern aus der DA.M aktualisieren oder die geänderte DA.M als neue Mustermethode speichern. Angenommen, Sie würden einen Datensatz laden, der vor einigen Wochen oder Monaten analysiert wurde, und Sie möchten die in der DA.M gespeicherten Datenanalyseparameter für Ihre aktuelle Arbeit verwenden. Dann könnten Sie die Einstellungen auf eine Mustermethode Ihrer Wahl übertragen. Weitere Informationen finden Sie unter “Verwalten von Methoden” auf Seite 53.

Modus für die erneute Verarbeitung

Eine andere Möglichkeit der Datenanalyse besteht darin, eine vollständige Sequenz mithilfe der Funktion **Reprocess** erneut zu verarbeiten. Im Gegensatz zur Neuberechnung werden alle Analysenläufe im Sequenzkontext erneut analysiert, d. h. die Kalibriertabellen der Sequenzmethoden werden im Falle von Kalibrierläufen aktualisiert und Multiplikatoren, Mengen usw. können in der Sequenztabelle geändert werden.

Der Ergebnissatz enthält alle für die erneute Verarbeitung erforderlichen Dateien: die Datendateien, eine Kopie der Sequenzdatei, alle Sequenzmethoden und alle Reportvorlagen, die ursprünglich bei der Erfassung verwendet wurden. Daher müssen Sie zur erneuten Verarbeitung einer Sequenz diese einfach nur in die Navigationstabelle laden und die Werkzeugleiste für die erneute Verarbeitung wählen.

Wenn es erforderlich wird, Änderungen an der Sequenzmethode für alle künftigen Erfassungsläufe an die entsprechende Mustermethode weiterzuleiten, können Sie hierzu einfach die Funktion **Update Master Method** verwenden (siehe “Aktualisieren von Datenanalyseparametern in der Mustermethode” auf Seite 56).

Die DA.M wird automatisch bei jeder erneuten Verarbeitung einer Datendatei aktualisiert.

Für eine erneute Verarbeitung enthält die Navigationstabelle die folgende Werkzeugleiste:

Abbildung 39 Werkzeugleiste der Navigationstabelle zur erneuten Sequenzverarbeitung

Mit dieser Werkzeugleiste können Sie die Sequenztabelle und die Sequenzparameter bearbeiten, die aktuelle Sequenz speichern oder drucken, das Sequenz-Logbuch ein- oder ausblenden, die gespeicherte(n) Sequenzzusammenfassungsreportdatei(en) anzeigen, die erneute Verarbeitung einer Sequenz starten, die Sequenz abbrechen oder anhalten.

Beachten Sie, dass die Navigationstabellensymbole für die erneute Verarbeitung nur für Ergebnissätze verfügbar sind, die mit ChemStation B.02.01 und höher generiert wurden. Die erneute Verarbeitung in der Ansicht **Data Analysis** ist nicht möglich für Einzelanalysendaten, für Daten, die mit älteren Versionen als B.02.01 generiert wurden, und für Daten, die erfasst wurden, während die Option **Unique Folder Creation** deaktiviert war (siehe “Registerkarte Voreinstellungen - Sequenz” auf Seite 113). Solche Sequenzen müssen in der Ansicht **Method and Run Control** erneut verarbeitet werden, wobei für den Sequenzparameter **Part of method to run** die Einstellung **Reprocess Only** ausgewählt sein muss. Für Sequenzen, die mit einer ChemStation-Version ab B.02.01 generiert wurden, ist die Option für erneute Verarbeitung in der Ansicht **Method and Run Control** nicht vorhanden. Die Navigationstabelle bietet hier die erneute Verarbeitung als **Data Analysis Task** an.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, solche Proben oder Sequenzen zu einem neu zusammengestellten Ergebnissatz hinzuzufügen. Dort weisen Sie auch Sequenzmethoden zu und Sie können die gesamte Sequenz anschließend erneut verarbeiten (siehe “Selbst zusammengestellter Ergebnissatz” auf Seite 164).

Beachten Sie die folgenden Regeln in Bezug auf die erneute Verarbeitung:

- Wenn ein Ergebnissatz in die Navigationstabelle geladen wird, lädt ChemStation automatisch auch die Sequenzdatei (*.S), die sich in diesem Ergebnissatz befindet. Diese Sequenzdatei enthält alle Sequenzzeilen, die sich auf eine beliebige Datendatei im entsprechenden Ergebnissatz beziehen.
- Alle Aktionen werden mit den Sequenzmethoden durchgeführt. Wenn geänderte Analysenparameter angewendet werden sollen, müssen Sie die Sequenzmethoden ändern.
- Bei der erneuten Verarbeitung werden die Batchdatei (*.b), das Sequenz-/Einzelanalysenprotokoll (*.log) und die Navigationstabelle aktualisiert. Die einzelne Datenanalysemethode (DA.M) jeder verarbeiteten Datendatei wird mit der Sequenzmethode überschrieben.
- Wenn Sie neue Methoden aus einem der Mustermethodenverzeichnisse zur Sequenztabelle hinzufügen möchten, kopieren Sie zuerst im ChemStation-Explorer die Mustermethode in den Ergebnissatz oder klicken Sie auf **Method > Update Methods...**. Anschließend können Sie die neue Sequenzmethode in der Sequenztabelle auswählen. Es ist nicht möglich, Zeilen zur Sequenztabelle hinzuzufügen oder zu entfernen.
- Im Dialogfeld "Sequenzparameter" können Sie nur den Sequenzkommentar und die Nutzung von Sequenztabellendaten ändern. Alle anderen Felder müssen während der Datenerfassung festgelegt werden oder haben keine Auswirkung auf die erneute Verarbeitung.

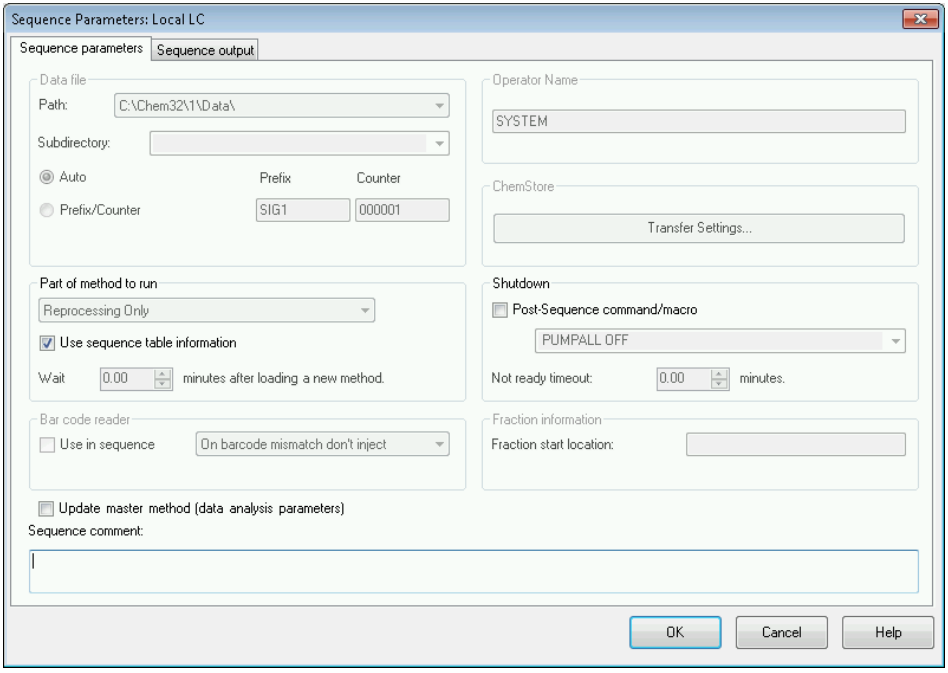


Abbildung 40 Sequenzparameter in Data Analysis

Behandlung manueller Integrationsereignisse

Manuelle Integrationsereignisse, z. B. eine manuell eingezeichnete Basislinie, sind noch datendateispezifischer als zeitgesteuerte Integrationsereignisse. Bei komplizierten Chromatogrammen ist es äußerst wünschenswert, diese Ereignisse für eine erneute Verarbeitung verwenden zu können.

Daher werden bei der ChemStation B.04.01 und höher manuelle Integrationsereignisse nicht mehr mit der Methode, sondern direkt mit der Datendatei gespeichert. Bei jeder Überprüfung oder erneuten Verarbeitung der Datendatei werden automatisch diese manuellen Ereignisse aus der Datendatei angewendet. Wenn für einen Analysenlauf manuelle Integrationsereignisse verwendet werden, wird dies in der entsprechenden Spalte der Navigationstabelle gekennzeichnet.

Zusätzlich zu den Funktionen zur manuellen Basislinienerstellung und zum Löschen von Peaks bietet die Benutzeroberfläche drei weitere Funktionen:

- Speichern manueller Ereignisse des aktuellen Chromatogramms in der Datendatei
- Entfernen aller Ereignisse aus dem aktuellen Chromatogramm
- Widerrufen der letzten manuellen Integrationsereignisse (möglich bis zur Speicherung des Ereignisses)

Bei der weiteren Überprüfung der nächsten Datendatei in der Navigationstabelle prüft die ChemStation auf ungesicherte manuelle Integrationsereignisse und fragt, ob der Benutzer diese Ereignisse sichern möchte.

Die manuellen Ereignisse, die bei der Überprüfung mittels der Navigationstabelle in der Datendatei gespeichert wurden, beeinflussen nicht die manuellen Integrationsereignisse, die während der Überprüfung im **Batch** gespeichert wurden. Diese beiden Verfahren zur Überprüfung sind bezüglich der manuellen Ereignisse der Datendatei vollständig getrennt.

In den ChemStation Versionen vor B.04.01 konnten die manuellen Integrationsereignisse nur in der Methode gespeichert werden. In der Version B.04.01 kann diese Arbeitsweise weiterhin angewandt werden. Im Menü **Integration** in der Ansicht **Data Analysis** befinden sich zur Bearbeitung der manuellen Integrationsereignisse in der Methode folgende Funktionen:

Update Manual Events of Method: Speichern der neu erstellten manuellen Ereignisse in der Methode.

Apply Manual Events from Method: Anwendung der aktuell gespeicherten manuellen Ereignisse aus der Methode auf die geladene Datendatei.

Remove Manual Events from Method: Löschen der manuellen Ereignisse in der Methode.

Um die manuellen Ereignisse von der Speicherung in der Methode in die Speicherung in der Datendatei umzuwandeln, müssen die Ereignisse aus der Methode angewendet und die Ergebnisse in der Datendatei gespeichert werden. Bei Bedarf können die Ereignisse in der Methode gelöscht werden.

Falls das Kontrollkästchen **Manual Events** in der **Integration Events Table** der Methode ausgewählt ist, werden die manuellen Ereignisse der Methode immer angewendet, wenn eine Datendatei mit dieser Methode geladen wird. Wenn die Datendatei zusätzliche manuelle Ereignisse enthält, werden die Ereignisse aus der Datendatei verwendet. Wenn das Kontrollkästchen **Manual Events** markiert ist, werden die Benutzer nicht zur Speicherung der Ereignisse in der Datendatei aufgefordert.

Selbst zusammengestellter Ergebnissatz

In der Ansicht **Data Analysis** zeigt die Navigationstabelle den Inhalt der geladenen Einzelanalyse oder Sequenz an. Sie können Datendateien laden, entladen oder zur Navigationstabelle hinzufügen. Mit dem Befehl **Sequence > Create New Result Set** können Sie einen neuen, selbst zusammengestellten Ergebnissatz aus den Daten erstellen, die aktuell in der Navigationstabelle angezeigt werden (siehe "So stellen Sie einen neuen Ergebnissatz zusammen" auf Seite 109). Selbst zusammengestellte Ergebnissätze können auf dieselbe Art und Weise erneut verarbeitet werden wie automatisch erstellte Ergebnissätze.

Aktuellen Datensatz entladen

Mit dem Befehl **Unload Current Dataset** im Kontextmenü der Navigationstabelle können Sie die Navigationstabelle in den leeren Originalzustand zurücksetzen, den sie direkt nach dem Start von ChemStation hat. Wenn noch nicht gespeicherte Daten vorhanden sind, werden Sie gebeten, diese zu speichern.

Ausgewählte Datendateien entfernen

Mit dem Befehl **Remove selected Data Files** im Kontextmenü der Navigationstabelle können Sie ausgewählte Zeilen aus der Navigationstabelle löschen. Dabei werden nur die Referenzen in der Navigationstabelle gelöscht, nicht jedoch die tatsächlichen Datendateien im geladenen Ergebnissatz oder in der Einzelanalyse des Dateisystems. Es können nur Referenzen von hinzugefügten/überlagerten Dateien gelöscht werden.

Methoden aktualisieren

In der Ansicht **Data Analysis** stehen mehrere Optionen zum Kopieren von Methoden zwischen den Mustermethodenverzeichnissen und den Ergebnissätzen zur Verfügung. Weitere Informationen finden Sie unter "Verwalten von Methoden" auf Seite 53.

Report Viewer für Data Analysis

Je nach der Konfiguration speichert ChemStation automatisch zu einem bestimmten Zeitpunkt im Dateisystem die Einzelinjektionsreports und Sequenzzusammenfassungsreports. Mit dem Report Viewer können Sie die gespeicherten Reportdateien einfach anzeigen, um die Ergebnisse der Datenerfassung, der erneuten Verarbeitung oder Neuberechnung zu überprüfen.

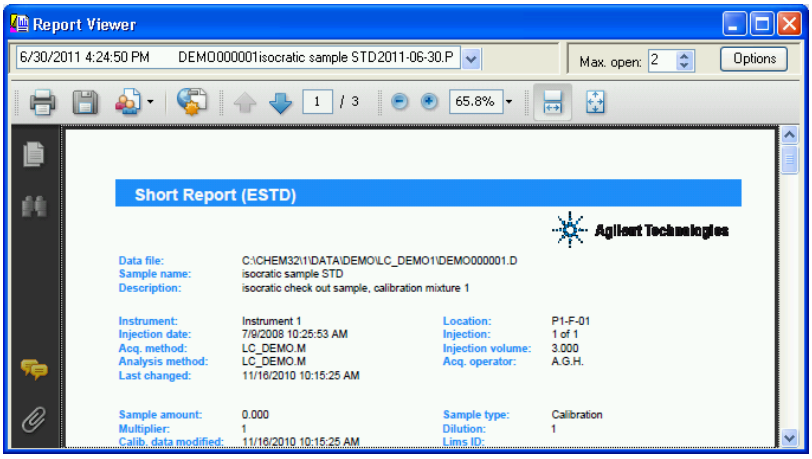


Abbildung 41 Report Viewer

Die Anwendung des Report Viewer hat folgende Vorteile:

- Sie können die Reportdateien direkt aus der ChemStation öffnen. Sie müssen die Dateien nicht im Dateisystem suchen.
- Jeder Report wird in einem separaten, frei beweglichen Fenster geöffnet. Sie können die unterschiedlichen Reports einfach miteinander vergleichen, indem Sie die Fenster nebeneinander anordnen.
- Sie können den Vollbildschirm verwenden, um die Reportdatei anzuzeigen.
- Sie können die Funktionen des Adobe Readers verwenden, um die .pdf Reports anzuzeigen.
- Sie können in den .txt Reports und in den .pdf Reports nach einem speziellen Text suchen.
- Wenn Sie eine Sequenz erneut verarbeiten, müssen Sie nicht warten, bis die erneute Verarbeitung der gesamten Sequenz abgeschlossen ist. Sie können die gespeicherten Reportdateien für die Sequenzproben öffnen, die bereits abgeschlossen sind.

Starten des Report Viewer

Sie können den Report Viewer entweder über das Menü, die Symbole der Symbolleiste oder über das Kontextmenü der Navigationstabelle öffnen. Es gibt unterschiedliche Elemente für die Sequenzzusammenfassungsreports und die Einzelinjektionsreports.

So zeigen Sie einen Einzelinjektionsreport an:

- Wählen Sie das Menü **Report > Reportdatei anzeigen** aus, um die Reportdatei oder die Dateien des geladenen Signals anzuzeigen.
- Wählen Sie den Befehl **View Saved Report File(s)** aus dem Kontextmenü einer speziellen Probe in der Navigationstabelle aus. Mit diesem Befehl können Sie die Reportdatei bzw. Reportdateien von jedem beliebigen Signal laden, selbst wenn dieses momentan nicht geladen ist.
- Klicken Sie in der Symbolleiste Arbeitsraum auf das Symbol **View saved Report File(s)**, um die Reportdatei oder die Reportdateien des geladenen Signals anzuzeigen.

So zeigen Sie Sequenzzusammenfassungsreports an:

- Wählen Sie das Menü **Sequenz > Sequenzzusammenfassungsreports anzeigen** aus.
- Klicken Sie auf das Symbol **View Saved Sequence Summary Report File(s)** aus der Navigationssymbolleiste (im Modus für die erneute Auswertung).

Konfigurieren der Report Viewer-Fenster

Sie können verschiedene Aspekte des Report Viewer konfigurieren. Auf all diese Einstellungen haben Sie im Fenster Report Viewer über die Schaltfläche **Options** Zugriff.

Sie können die maximale Anzahl der Report Viewer Fenster definieren, die gleichzeitig geöffnet werden kann. Die Fenster werden zyklisch wiederverwendet. Wenn Sie mehr Reportdateien als die maximale Zahl der Report Viewer Fenster anzeigen, dann wird in den zuerst geöffneten Fenstern zuerst der Inhalt geändert.

HINWEIS Wenn Sie nicht mehrere Reports miteinander vergleichen müssen, dann empfehlen wir Ihnen die Anzahl der Report Viewer Fenster auf 1 zu begrenzen.

Zum Vergleich mehrerer Reports kann es nützlich sein, die Titelleiste der Report Viewer Fenster anzupassen. Für Report Viewer Fenster sind verschiedene Symbole verfügbar, die die Sequenzzusammenfassungsreports, Einzelinjektionsreports für Sequenzproben oder Einzelinjektionsreports für Einzelanalysen anzeigen. Diese Symbole helfen Ihnen bei der Unterscheidung der einzelnen Report Viewer Fenster.

Die Report Viewer Fenster werden immer auf der ChemStation Anwendung angezeigt. Um mit ChemStation und Report Viewer gleichzeitig arbeiten zu können, können Sie bei beiden Fenstern die Größe verändern und diese so positionieren, dass beide sichtbar sind. Wenn Sie ChemStation schließen, dann werden die Größe und die Positionen der Fenster gespeichert. Beim nächsten Start von ChemStation werden dann wieder die gleichen Einstellungen verwendet.

Anordnen der Report Viewer-Fenster

Die Report Viewer Fenster werden immer auf der ChemStation Anwendung angezeigt. Um mit ChemStation und Report Viewer gleichzeitig arbeiten zu können, können Sie bei beiden Fenstern die Größe verändern und diese so positionieren, dass beide sichtbar sind und Sie bequem arbeiten können.

Wenn Sie ChemStation schließen, dann werden die Größe und die Positionen der Fenster gespeichert. Beim nächsten Start von ChemStation werden dann wieder die gleichen Einstellungen verwendet.

Arbeiten mit dem Report Viewer

Sie können den Report Viewer beispielsweise in folgenden Arbeitsabläufen verwenden:

- Sie richten die Methode und die Sequenz zum Speichern von PDF-Reports im Dateisystem ein. Nach Abschluss der Sequenzanalyse öffnen Sie die Reportdateien (Sequenzzusammenfassungsreport oder Einzelinjektionsreports) im Report Viewer direkt von der ChemStation aus. Verwenden Sie die Funktionen von Adobe Reader, wie Zoomen oder Suchen, um den Report eingehend zu prüfen.
- Sie laden von der zentralen Datenspeicherung eine Sequenz herunter, die bereits Reportdateien enthält.
  - Um auf das Endergebnis zu schauen, wählen Sie in der Navigationstabelle die entsprechende Probe aus und öffnen die Reportdatei direkt im Report Viewer der ChemStation.
  - Falls erforderlich, können Sie die Methode ändern und die Sequenz erneut verarbeiten. Während die Neuverarbeitung noch läuft, können Sie die Anzeige der Reports der bereits abgeschlossenen Proben starten.

    Im Report Viewer können Sie sowohl einen alten als auch neuen Report aus der Liste in der oberen linken Ecke auswählen. Sie können die Reports anhand des Erstellungsdatums unterscheiden, das als Teil des Listeneintrags angezeigt wird. Je nach den Übertragungseinstellungen können die Daten - einschließlich der neuen Reportdateien - nach Abschluss der erneuten Verarbeitung automatisch auf die zentrale Datenspeicherung hochgeladen werden.
- Sie analysieren eine Sequenz, die nur TXT Reportdateien speichert. Sie können diese Reportdateien auch im Report Viewer überprüfen.
- Sie überprüfen verschiedene Reports der gleichen Sequenzproben, die auf unterschiedlichen Reportarten oder -vorlagen basieren.

  Als erstes erstellen Sie eine Sequenz mit einem erweiterten Leistungsreport. Sie analysieren die Sequenz oder verarbeiten Sie erneut, um die Reportdatei zu erhalten. Wenn Sie mit den in diesem Report angezeigten Ergebnissen zufrieden sind, dann ändern Sie die Sequenzmethode, um einen kürzeren Report zu erstellen (wählen Sie zum Beispiel eine andere Reportvorlage oder die klassische Reportart **Short** aus). Dann verarbeiten Sie die Sequenz erneut, um die kürzeren Reports zu erhalten. Wenn Sie mit dem Report Viewer einen Report anzeigen, dann können Sie zwischen den beiden unterschiedlichen Reports hin- und herwechseln, indem Sie diese aus der Liste in der oberen linken Ecke auswählen. Das Erstelldatum von jeder Datei wird als Teil des Listeneintrags angezeigt.

Datenprüfung

In Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition ist eine neue Ansicht verfügbar, die ausschließlich die Arbeitsabläufe zur Datenprüfung der Datenanalyse abdeckt. In dieser Ansicht zur **Review** können Sie Reports für eine gesamte Sequenz, eine Teilsequenz oder eine Auswahl an Datendateien aus unterschiedlichen Sequenzen oder einzelnen Proben generieren.

Anders als bei der Neuberechnung oder erneuten Verarbeitung können in der Ansicht **Review** keine Methoden geladen und keine neuen Ergebnisse erstellt werden. Die in der Ansicht **Review** generierten Reports zeigen nur die Ergebnisse an, die bereits berechnet wurden.

Sie können eine Reportvorlage auswählen und sie auf eine bestimmte Auswahl von Datendateien anwenden. Die Kombination aus Vorlage und Datendateien legt fest, was im Report ausgegeben wird.

HINWEIS Die Ansicht **Review** ist nur verfügbar, wenn Sie die intelligente Reporterstellung in der Gerätekonfiguration der OpenLAB Systemsteuerung aktiviert haben.

Anforderungen für die intelligente Reporterstellung

OpenLAB CDS ChemStation Edition generiert die Ergebnisdaten in einem bestimmten Format (*.ACAML), das von der intelligenten Reportausgabe verwendet wird. Wenn Sie Reports für Daten erstellen möchten, die mit Version A oder B von ChemStation erfasst wurden, müssen Sie zuerst in OpenLAB CDS ChemStation Edition die Ergebnisse neu erstellen (beispielsweise die Daten neu berechnen oder Einzelinjektionsreports in der Datenanalyseansicht generieren). Wenn die Ergebnisse nicht im erforderlichen Format verfügbar sind, enthalten die Reports in der Datenprüfungsansicht keine Daten.

Datendateiauswahl

Sie können die erforderlichen Datendateien auswählen, indem Sie die Sequenzen oder Einzelanalysen aus dem Navigationsbaum im ChemStation-Explorer laden. Alle verfügbaren Datendateien werden dann in der Navigationstabelle angezeigt. In der Navigationstabelle können Sie die spezifischen Datendateien auswählen, für die Sie die Ergebnisse im Report sehen möchten.

Laden von Datendateien

Sie können alle Datendateien aus einer kompletten Sequenz oder aus dem Ordner mit Einzelanalysen laden. In der Registerkarte **Data** des ChemStation-Explorers können Sie auf die Sequenz doppelklicken oder den Befehl **Load** im Kontextmenü verwenden, um alle enthaltenen Datendateien zu laden.

Wenn Sie die Datendateien laden, wird die Navigationstabelle automatisch gelöscht, bevor die neuen Datendateien angezeigt werden. Sie können daher die Daten für einen *Einzelprobenreport* oder für einen *Sequenzzusammenfassungsreport* vorbereiten.

Hinzufügen von Datendateien

Wenn Sie die Ergebnisse von verschiedenen Sequenzen vergleichen möchten, laden Sie zuerst eine Sequenz und fügen Sie dann die erforderlichen Datendateien einer anderen Sequenz hinzu. Verwenden Sie in der Registerkarte **Data** des ChemStation-Explorers den Kontextmenübefehl **Add Data Files...**, um nur bestimmte Datendateien zur bereits geladenen Auswahl hinzuzufügen. Es wird ein Dialogfeld geöffnet, in dem Sie die erforderlichen Datendateien auswählen können.

Wenn Sie Datendateien hinzufügen, werden diese in der Navigationstabelle an die Liste der bereits geladenen Datendateien angehängt. Sie können daher die Daten z. B. für *Sequenzübergreifende Reports* vorbereiten.

Auswählen von Datendateien für die Reporterstellung

In der Navigationstabelle werden alle Datendateien der Sequenz oder der Einzelprobensammlung angezeigt, auf die Sie im ChemStation-Explorer geklickt haben. In der Navigationstabelle können Sie die Datendateien auswählen, für die Sie den Report erstellen möchten. Beim Erstellen des Reports werden nur die ausgewählten Zeilen berücksichtigt.

Reportvorlagenauswahl

Sie können die erforderlichen Reportvorlagen in der Registerkarte **Report Templates** im ChemStation-Explorer auswählen. Im Navigationsbaum werden alle Reportvorlagen des Verzeichnisses chem32/repstyle angezeigt.

Reportvorschau

Der Inhalt eines Reports ergibt sich immer aus der Datenauswahl und der Reportvorlage. Daher generiert die ChemStation den entsprechenden Report und zeigt die Reportvorschau an, sobald Sie eine oder mehrere Datendateien ausgewählt und eine Reportvorlage geladen haben.

Sie können den Report ausdrucken oder in einer Datei (PDF, XLS, DOC oder TXT) speichern. Wenn Sie ein zentrales Datenspeicherungssystem verwenden, können Sie den Report auch direkt auf das zentrale Repository hochladen.

Mögliche Arbeitsabläufe zur Datenprüfung

Sie können die Ansicht **Review** beispielsweise in folgenden Arbeitsabläufen verwenden:

- Sie laden eine Sequenz und wählen alle Datendateien der Sequenz aus. Sie laden eine Reportvorlage und generieren einen *Sequenzzusammenfassungsreport*.
- Nach dem Generieren eines Sequenzzusammenfassungsreports laden Sie eine andere Reportvorlage. Sie prüfen dieselben Daten mit einem *anderen Reportlayout*.
- Sie laden eine Sequenz und wählen nur einen Teil der Datendateien aus. Sie laden eine Reportvorlage und generieren einen Sequenzzusammenfassungsreport für *einen Teil der Sequenz*.
- Nach dem Laden eines Teils der Datendateien fügen Sie weitere Datendateien hinzu (aus einer Sequenz oder aus einer Sammlung einzelner Proben). Sie laden eine Reportvorlage und generieren einen *proben- oder sequenzübergreifenden Report*.

7 Kalibrierung

Begriffserläuterung 174
Kalibrierverfahren 175
- Einstufige Kalibrierung 175
- Mehrstufige Kalibrierung 177
- Kalibrierbereiche 179
- Kalibrierkurven anpassen 179
- Behandlung des Koordinatenursprungs 180

Kalibriertabelle 183
Peaksummierung 184
Unbekannte Proben 185
Neukalibrierung 186
- Was ist Neukalibrierung? 186
- Warum eine Neukalibrierung durchführen? 186
- Manuelle Rekalibrierung 187
- Neukalibrierung mit Peaksummierung 187
- Möglichkeiten der Neukalibrierung 188
- Neukalibrierung nicht identifizierter Peaks 188

In diesem Kapitel werden die Konzepte der Kalibrierung erläutert.

Begriffserläuterung

Kalibrierung Als Kalibrierung wird der Vorgang bezeichnet, bei dem durch Injektion speziell vorbereiteter Kalibrierproben Responsefaktoren zur Berechnung der absoluten Substanzkonzentration ermittelt werden. Die Kalibriertabelle wird auch zur Identifizierung verwendet.

Substanz Eine chemische Substanz kann bei einer Kalibrierung mit mehreren Signalen mehrere Peaks liefern, normalerweise einen Peak pro Signal. Bei einer Kalibrierung mit einem Signal liegt nur ein Peak pro Substanz vor.

Kalibrierstufe Eine Kalibrierstufe enthält die Kalibrierpunkte für die Kalibrierung einer Probenkonzentration. Bei einer Kalibrierung mit mehreren Signalen können die Kalibrierpunkte auf mehrere Signale verteilt sein.

Kalibrierpunkt Ein Kalibrierpunkt bezieht sich auf das Mengen/Response-Verhältnis eines Peaks auf der Kalibrierkurve.

Kalibrierprobe Eine Kalibrierprobe, auch Kalibrierstandard oder Standardmischung genannt, ist eine Probe mit einem bekannten Gehalt der Substanz, die quantifiziert werden soll. In der Software wird die Kalibrierprobe als Injektion aus der Kalibrierflasche bezeichnet.

Kalibrierproben sind bei den Anbietern von Feinchemikalien erhältlich oder können durch sorgfältiges Verdünnen einer bekannten Menge eines reinen Stoffes hergestellt werden. Die Menge des Stoffes in der Kalibrierprobe wird meist in Konzentrationseinheiten angegeben, oft in der Einheit ng/µl.

Kalibrierverfahren

ChemStation bietet zwei Kalibrierverfahren: einstufige Kalibrierung (Single-Level Calibration) und mehrstufige Kalibrierung (Multilevel Calibration).

Einstufige Kalibrierung

Die Kalibrierkurve in Abbildung 42 auf Seite 175 enthält einen einzigen Kalibrierpunkt, d. h. eine Stufe. Bei der Kurve einer einstufigen Kalibrierung wird angenommen, dass der Detektorresponse innerhalb des Arbeitsbereichs der untersuchten Probenkonzentration linear ist. Der Responsefaktor eines bestimmten Substanzpeaks wird durch den Kehrwert der Steigung der Kalibrierkurve durch Messpunkt und Koordinatenursprung bestimmt.
Ein Nachteil der einstufigen Kalibrierung ist die Annahme, dass der Detektorresponse linear zur Probenkonzentration verläuft und dass die Kurve der Gegenüberstellung von Konzentration und Response durch den Koordinatenursprung verläuft. Dies stimmt nicht immer und kann daher zu ungenauen Ergebnissen führen.

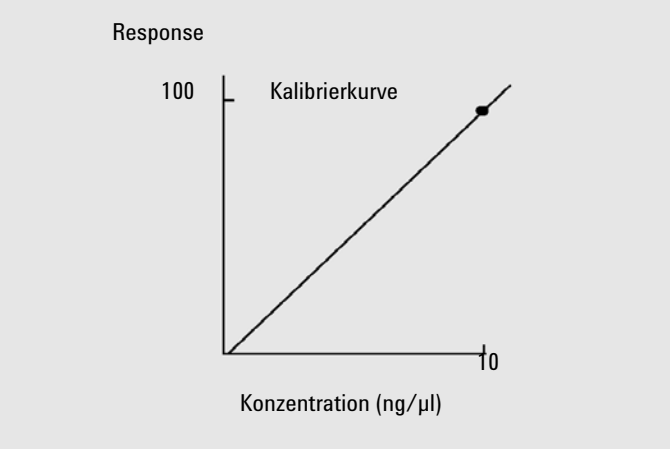


Abbildung 42 Einstufige Kalibrierkurve

Zur Erzielung korrekter quantitativer Ergebnisse sollte eine Kalibrierkurve mindestens zwei Kalibrierstufen umfassen. Diese Kalibrierstufen sollten die erwarteten Mengen in der unbekannten Probe umschließen.

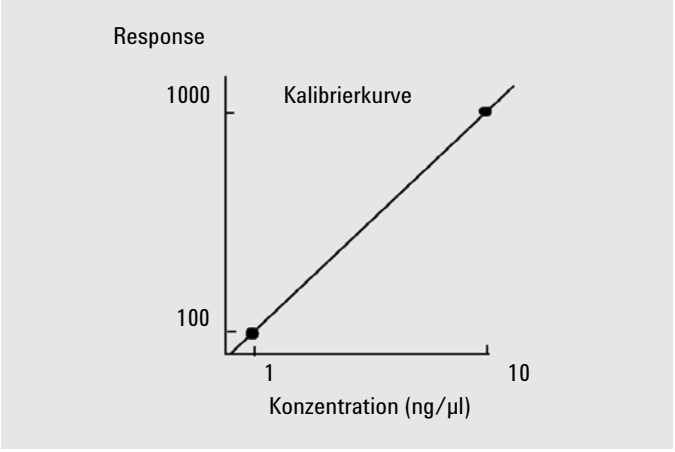


Abbildung 43 Zweistufige Kalibrierkurve

Wenn Sie beispielsweise eine Probe quantifizieren möchten, deren Gehalt im Bereich von 1 bis 10 ng/µl liegt, sollte die Kalibrierkurve mindestens die beiden in Abbildung 43 auf Seite 176 gezeigten Stufen enthalten.

Mengenbegrenzungen

ChemStation ermöglicht Ihnen die Definition von Quantifizierungsbereichen in Form von absoluten Mengen für jede Substanz.

Mehrstufige Kalibrierung

Mehrstufige Kalibrierungen können bei nicht linearem Verhalten einer Substanz im kalibrierten Bereich oder zur Bestätigung der Linearität des Kalibrierbereichs eingesetzt werden. Jede Kalibrierstufe entspricht einer Kalibrierprobe mit einer bestimmten Konzentration. Die Kalibrierproben sollten mit Konzentrationen angesetzt werden, die den Bereich der erwarteten Konzentrationen in den unbekannten Proben umschließen. Dadurch ist es möglich, Änderungen des Detektorresponsewerts in Abhängigkeit von der Konzentration zu berücksichtigen und die Responsefaktoren zu berechnen.

Diese Kurve der mehrstufigen Kalibrierung hat drei Kalibrierstufen und eine lineare Kurvenanpassung, die durch den Koordinatenursprung verläuft. Dieses Verfahren zur linearen Anpassung durch den Ursprung ist ähnlich dem Verfahren bei der einstufigen Kalibrierung. Das Verhältnis zwischen Detektorresponse und Konzentration wird als linear angenommen. Der Unterschied besteht darin, dass bei der linearen Anpassung die Steigung des Detektorresponse durch den besten Kurvenverlauf durch eine Reihe von Punkten bestimmt wird, wobei ein Punkt einer Stufe entspricht.

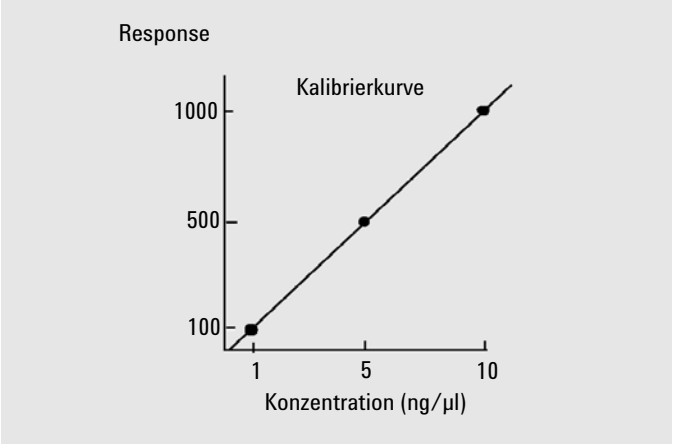


Abbildung 44 Mehrstufige Kalibrierkurve mit drei Stufen

Die entsprechende Kalibriertabelle, die die tabellarische Zusammenfassung der Daten ist, die zum Generieren dieser Kurve verwendet werden, sieht ähnlich aus wie in Tabelle 18 auf Seite 178 dargestellt.

Tabelle 18 Kalibriertabelle

Stufe	Menge (ng/µl)	Response (Flächeneinheiten)
1	1	100
2	5	500
3	10	1000

In diesem Beispiel wurden die Kalibrierproben zur Erzeugung der drei Kalibrierpunkte mit 1, 2 und 3 bezeichnet.

Kalibrierbereiche

Jede Mehrpunktkalibrierung ist über den Konzentrationsbereich gültig, der durch die Kalibrierproben vorgegeben wurde. Eine Extrapolation der Kalibrierkurve, besonders im nichtlinearen Fall, ist bestenfalls eine Näherung. Der gültige Konzentrationsbereich kann für jede Substanz im Dialogfeld **Compound Details** definiert werden. Jeder Eintrag besteht aus einer Ober- und einer Untergrenze. Bei Überschreiten dieser Grenzen wird ein Hinweis in den Report eingefügt.

Kalibrierkurven anpassen

Für die mehrstufige Kalibrierung sind verschiedene Anpassungsverfahren verfügbar.

- Punkt zu Punkt linear
- Linear
- Logarithmisch
- Potenz
- Exponent
- Quadratisch
- Kubisch
- Mittelwertbildung (Response/Menge)

Nicht lineare Anpassungsverfahren

In einigen Fällen ändert sich der Detektorresponse nicht linear mit der Probenkonzentration. In diesen Fällen ist eine Kalibrierung auf der Basis einer linearen Regression unzulässig und es sollte eine mehrstufige Kalibrierung eingesetzt werden.

Behandlung des Koordinatenursprungs

Es stehen vier Möglichkeiten zur Einbeziehung des Koordinatenursprungs zur Verfügung:

- Ursprung ignorieren
- Ursprung einbeziehen
- Verlauf durch Koordinatenursprung erzwingen
- Mit Koordinatenursprung verbinden

Um zu erzwingen, dass der Koordinatenursprung in der Kalibrierkurve enthalten ist, werden die Kalibrierpunkte am Ursprung vom ersten Quadranten in den dritten gespiegelt. Die Verwendung aller Punkte für die Regressionsberechnung stellt sicher, dass die Kalibrierkurve durch den Ursprung läuft. Dies wird auch in Abbildung 45 auf Seite 180 erklärt.

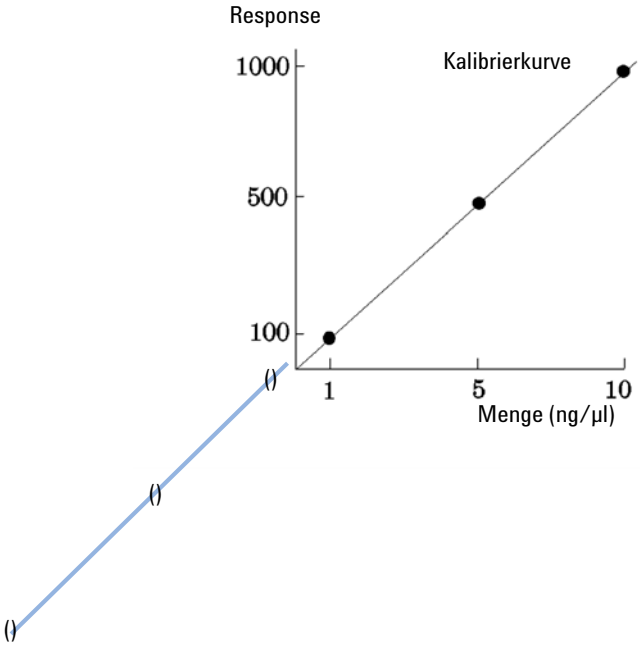


Abbildung 45 Verlauf durch Koordinatenursprung erzwingen

Weitere Informationen zu Kurvenanpassungen in Kalibrierungen und zur Behandlung des Koordinatenursprungs finden Sie in der *Online-Hilfe*.

Wichtung der Kalibrierpunkte

Bei der Erstellung Ihrer Standardkalibrierkurve können Sie eine relative Wichtung der verschiedenen Kalibrierpunkte angeben.

Folgende Optionen können zur Wichtung gewählt werden:

Wichtung	Beschreibung
Gleich	Alle Kalibrierpunkte der Kurve werden gleich gewichtet.
Linear (Menge)	Ein Kalibrierpunkt der Menge x erhält die Wichtung 1/x, normalisiert auf die niedrigste Konzentration. So ergibt sich für den höchsten Wichtungsfaktor der Wert 1. Die Normalisierung erfolgt durch Multiplizierung der Wichtung mit der kleinsten Menge. Die Wichtung eines Kalibrierpunkts mit der Menge x ist beispielsweise (1/x) × a, wenn a der kleinsten Menge der kalibrierten Substanz im Kalibrierstandard entspricht. Wenn der Ursprung einbezogen ist, wird ihm der Mittelwert der Wichtungen der anderen Kalibrierpunkte zugewiesen.
Linear (Response)	Ein Kalibrierpunkt mit dem Response y erhält die Wichtung 1/y, normalisiert auf den niedrigsten Response. So ergibt sich für den höchsten Wichtungsfaktor der Wert 1. Die Normalisierung erfolgt durch Multiplizierung der Wichtung mit dem kleinsten Response. Die Wichtung eines Kalibrierpunkts mit der Menge y ist beispielsweise (1/y) × b, wenn b dem Response der kleinsten Menge der kalibrierten Substanz im Kalibrierstandard entspricht. Wenn der Ursprung einbezogen ist, wird ihm der Mittelwert der Wichtungen der anderen Kalibrierpunkte zugewiesen.
Quadratisch (Menge)	Ein Kalibrierpunkt der Menge x erhält die Wichtung $1/x^2$, normalisiert auf die niedrigste Menge. So ergibt sich für den höchsten Wichtungsfaktor der Wert 1. Die Normalisierung erfolgt durch Multiplizierung der Wichtung mit der kleinsten Menge. Die Wichtung eines Kalibrierpunkts mit der Menge x ist beispielsweise $(1/x^2) \times a^2$, wenn a der kleinsten Menge der kalibrierten Substanz im Kalibrierstandard entspricht.
Quadratisch (Response)	Ein Kalibrierpunkt mit dem Response y erhält die Wichtung $1/y^2$, normalisiert auf den niedrigsten Response. So ergibt sich für den höchsten Wichtungsfaktor der Wert 1. Die Normalisierung erfolgt durch Multiplizierung der Wichtung mit dem kleinsten Response. Die Wichtung eines Kalibrierpunkts mit der Menge y ist beispielsweise $(1/y^2) \times b^2$, wenn b dem Response der kleinsten Menge der kalibrierten Substanz im Kalibrierstandard entspricht.
# Kalibrierungen	Ein Kalibrierpunkt wird gemäß der Anzahl der Neukalibrierungen des Punkts gewichtet. Es wird keine Normalisierung durchgeführt.

Quadratische Kalibrierpunkt-Wichtungen können beispielsweise zur Anpassung bei streuenden Kalibrierpunkten verwendet werden. Dadurch wird sichergestellt, dass die Kalibrierpunkte in der Nähe des Ursprungs, für die in der Regel eine präzisere Messung möglich ist, eine höhere Wichtung erhalten als Kalibrierpunkte, die weiter weg vom Ursprung liegen und möglicherweise gestreut sind.

Sie sollten Ihre Entscheidung bezüglich der Kalibrierpunktwichtung von den Anforderungen Ihrer Methode abhängig machen.

Kalibriertabelle

Eine Kalibriertabelle enthält Umrechnungen von Peakflächen oder Peakhöhen in Einheiten, die Sie selbst wählen können. Sie enthält eine Liste mit Retentions- bzw. Migrationszeiten aus einem Kalibrierlauf. Diese Retentions- bzw. Migrationszeiten werden mit denen eines Analysenlaufes verglichen. Wenn eine Übereinstimmung vorliegt, wird für den Peak der Probe angenommen, dass es sich um dieselbe Substanz handelt wie in der Kalibriertabelle. Bei der Analyse oder der Reporterstellung werden die Mengen jedes eingetragenen Peaks dazu verwendet, die Mengen für das ausgewählte Kalibrierverfahren zu bestimmen. Die Art und Menge an Information, die zur Erstellung einer Kalibriertabelle notwendig ist, hängt von der Art des Kalibrierverfahrens ab.

Folgende Informationen sind zur Erstellung einer Kalibriertabelle erforderlich:

- Die Retentions- bzw. Migrationszeiten aller Komponenten der Kalibriermischung.
- Eine Mengenangabe für jede Komponente der Kalibriermischung in konsistenten Einheiten.

Peaksummierung

Die Tabelle der Peaksummen wird für einige Anwendungen für die petrochemische oder pharmazeutische Industrie geliefert und lässt sich folgendermaßen sehr wirksam einsetzen:

- Addition der Peakflächen, die innerhalb eines benutzerdefinierten Bereichs liegen
- Addition der Flächen eines Peakbereichs und Berechnung mit einem einzigen Multiplikator
- Addition der Flächen aller Peaks mit gleichem Namen

Die Tabelle der Peaksummen ähnelt in mancher Hinsicht der Standard-Kalibriertabelle, ist mit dieser aber nicht identisch. Wie die Kalibriertabelle ist sie mit der aktuellen Methode verknüpft.

HINWEIS Bevor Sie eine Tabelle der Peaksummen anlegen können, müssen Sie eine Kalibriertabelle für eine Analyse erstellen.

Unbekannte Proben

Eine unbekannte Probe ist eine Probe, die eine unbekannte Menge einer Substanz enthält, die quantifiziert werden soll.

Um die Menge der Substanz in der unbekannten Probe zu bestimmen, müssen Sie Folgendes ausführen:

- Eine Kalibrierkurve für die Substanz erstellen
- Ein Aliquot der unbekannten Probe injizieren und eine Analyse auf exakt dieselbe Weise ausführen wie bei der Kalibrierprobe
- Aus dem Signal den Response ermitteln, der als Fläche oder Höhe des Peaks entsprechend der unbekannten Menge der Substanz gemessen wird
- Die Menge der Substanz in der unbekannten Probe mithilfe der Kalibrierkurve berechnen

Wenn die Fläche des Peaks in der unbekannten Probe beispielsweise 500 beträgt, können Sie anhand der Kalibrierkurve in Abbildung 46 auf Seite 185 ermitteln, dass die Menge in der unbekannten Probe 5 ng/µl beträgt.

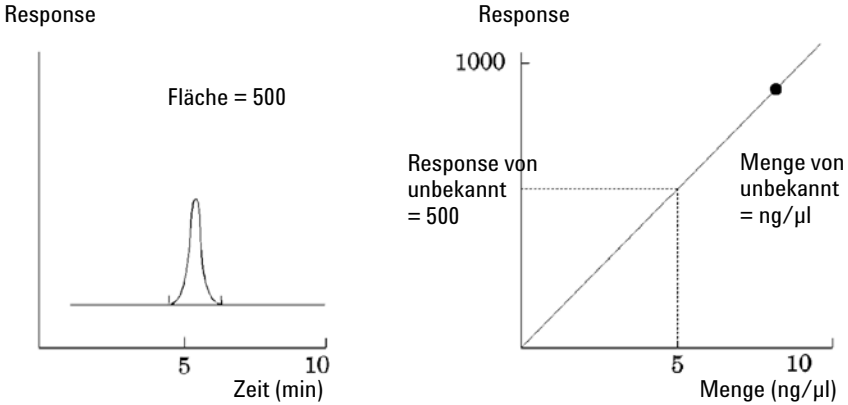


Abbildung 46 Signal und Kalibrierkurve einer unbekannten Probe

Neukalibrierung

Was ist Neukalibrierung?

Unter Neukalibrierung versteht man die Aktualisierung einer Kalibrierstufe in einer Kalibrierkurve. Bei der Neukalibrierung wird eine Probe analysiert, die dieselben Substanzen in denselben Mengen enthält wie die Originalprobe. Durch die Analyse der Kalibrierprobe erhalten Sie aktualisierte Responsefaktoren und Retentions-/Migrationszeiten. Sie können auch eine Mittelwertbildung der Responsefaktoren aus mehreren Kalibrierläufen zur gleichmäßigen Wichtung der Responsefaktoren wählen.

Warum eine Neukalibrierung durchführen?

Die meisten Kalibrierungen sind nur für eine begrenzte Zeit gültig, weil sich die chromatographischen Rahmenbedingungen ändern.
Die Neukalibrierung dient der Aufrechterhaltung der Analysengenauigkeit. Nehmen Sie beispielsweise an, dass eine Kalibriertabelle für die Substanz Koffein angelegt ist, die Sie immer zur Quantifizierung von Proben mit Koffein verwenden. Gelegentlich müssen Sie die Trennsäule/Kapillare austauschen. Auch wenn es sich um den gleichen Typ Säule/Kapillare handelt, besitzt die Säule/Kapillare nicht genau dieselben Eigenschaften wie die vorherige Säule/Kapillare, mit der Sie die Kalibriertabelle für Koffein angelegt haben. Zur Wahrung der Konsistenz sollten Sie die einzelnen Stufen der Kalibriertabelle neu kalibrieren, bevor die neue Säule zur Analyse unbekannter Koffeinmengen verwendet wird. Hierdurch werden die Proben unter gleichen Systembedingungen analysiert und quantifiziert.

Manuelle Rekalibrierung

Sie können Informationen für Peakkalibrierungen auch manuell eingeben und die Kalibriertabelle mit Hilfe der Schaltfläche "Manuelle Einrichtung" im Dialogfeld "Neue Kalibriertabelle" normieren. Normalerweise wird eine neue Kalibriermethode erstellt, indem man eine Standardmischung analysiert, eine Kalibriertabelle erstellt und die Menge aller kalibrierter Peaks angibt, um die Responsefaktoren zu berechnen. Für einige Anwendungen, z.B. in der petrochemischen Industrie, ist dieser Ansatz sehr ineffizient, da dieselben Substanzen seit Jahren untersucht werden und die Responsefaktoren der verschiedenen Substanzen für verschiedene Detektoren bereits vorliegen.

In diesem Fall wird die Kalibriertabelle manuell erstellt, indem die Peaks und ihre Responsefaktoren in die Kalibriertabelle eingetragen werden. Außerdem muss die Methode mit einem Standard, der mindestens einen Referenzpeak enthält, rekalibriert und Abweichung (%) aktualisiert werden.

Um zur Berechnung von Retentionszeitverhältnissen eine Referenz auf einen spezifischen Peak zu erstellen, können Sie diesen Peak als Referenzpeak für das Retentionszeitverhältnis festlegen. Alle Peaks mit derselben Ref-Nr. des RT-Verhältnisses werden dann auf diesen Peak referenziert.

Neukalibrierung mit Peaksummierung

Wenn eine Neukalibrierung durchgeführt wird, werden die Bereiche für die Retentions-/Migrationszeiten in der Peaksummen-Tabelle vor der eigentlichen Neukalibrierung aktualisiert. Neukalibrierungen der Peaksumme werden auf diese Weise durchgeführt, um sicherzustellen, dass Abweichungen in die Zeitberechnungen aufgenommen werden.

Möglichkeiten der Neukalibrierung

Mit der ChemStation-Software können Neukalibrierungen auf zwei Arten durchgeführt werden. Sie können interaktiv oder automatisch während einer Sequenz neu kalibrieren. Die interaktive Neukalibrierung ist die direkte Durchführung aller Schritte zur Neukalibrierung mit der ChemStation nach der Injektion einer oder mehrerer Proben. Neukalibrierungen mit einer Sequenz erfordern die Angabe des Zeitpunkts der Neukalibrierung. Die Neukalibrierung wird von der Software dann automatisch vorgenommen. Weitere Informationen hierzu finden Sie in “Automatische Rekalibrierung” auf Seite 125.

Weitere Informationen zur Durchführung einer Neukalibrierung mithilfe der Software finden Sie im Abschnitt "How To" des Online-Hilfesystems.

Neukalibrierung nicht identifizierter Peaks

Es gibt drei Möglichkeiten zur Rekalibrierung unidentifizierter Peaks.

No Recalibration

Wenn ein Peak der Kalibriertabelle bei der Ausgabe der Integrationsergebnisse nicht identifiziert werden kann, wird die Kalibrierung abgebrochen. Wenn dies innerhalb einer Sequenz auftritt, wird die Sequenz ebenfalls abgebrochen.

Partial Recalibration

Diese Möglichkeit gestattet die Rekalibrierung der identifizierten Peaks. Fehlende Peaks führen nicht zum Abbruch der Kalibrierung, aber zu einem entsprechenden Hinweis im Report.

Recalibration of all Retention/Migration Times

Diese Möglichkeit gestattet die Rekalibrierung von Retentions- bzw. Migrationszeit aller identifizierten und unidentifizierten Peaks. Dies geschieht mit Hilfe der Retentions- bzw. Migrationszeiten aller identifizierten Peaks. Die Responsefaktoren unidentifizierter Peaks werden nicht aktualisiert.

8 Reporterstellung

Was ist ein Report? 190

Klassische und intelligente Reporterstellung 191

- Auswirkungen der Aktivierung der intelligenten Reporterstellung 191

Intelligente Reporterstellung 192

- Vorteile der intelligenten Reporterstellung 192
- Reportvorlageneditor (RTE) für die intelligente Reporterstellung 193
- Speichern von Reportvorlagen 197
- Speichern generierter Reports 199
- Reportvorlagen in der zentralen Datenspeicherung 200

Klassische Reporterstellung 201

- Reportergebnisse 201
- Quantitative Ergebnisse 202
- Reporterstellung mit Werten der benutzerdefinierten Felder 203
- Reportarten 204
- Weitere Parameter für die Reportvorlagen 207
- Sequenzübersichtsreport 208
- Report-Dateiformate 212

In diesem Kapitel werden die Konzepte der intelligenten und klassischen Reporterstellung beschrieben.

Was ist ein Report?

Ein Report kann aus qualitativen und quantitativen Informationen zu einer analysierten Probe bestehen. Der Report kann als Ausdruck, als Bildschirmdarstellung oder als elektronische Datei ausgegeben werden. Der Report kann Details der Peakerkennung eines Analysenlaufs und Darstellungen der Chromatogramme bzw. Elektropherogramme enthalten.

Reports für unterschiedliche Zwecke

Sie können Reports angeben, die während der Datenerfassung und Datenprüfung unterschiedliche Zwecke erfüllen:

- Der *Sequenzzusammenfassungsreport* wird in der Registerkarte **Sequence Output** des Dialogfelds **Sequence Parameters** definiert. Dieser Report wird automatisch von ChemStation erstellt, wenn die Sequenzerfassung oder erneute Verarbeitung einer Sequenz abgeschlossen ist.
- Der *Einzelinjektionsreport* wird im Dialogfeld **Specify Report** definiert. Dieser Report wird während einer Sequenzerfassung oder erneuten Verarbeitung einer Sequenz für jede Einzelprobe erstellt.

Bei dem Intelligent Reporting erstellen Sie je nach Zweck eines Reports Vorlagen für unterschiedliche Reportarten. Weitere Informationen hierzu finden Sie in “Reportarten” auf Seite 193.

Reportausgabe

Ein Report kann an folgende Ausgabeziele gesendet werden:

- **Screen**

  Ein Report (bestehend aus Text und Graphiken) wird auf dem Bildschirm im Fenster der Reportvorschau dargestellt und kann von dort aus gedruckt werden.

- **Printer**

  Ein Report, der aus Text und Grafik besteht, wird auf dem aktuellen Drucker ausgegeben.

- **File**

  Der Report wird in einer Datei gespeichert, beispielsweise in einer PDF-Datei.

Klassische und intelligente Reporterstellung

Bei Agilent OpenLAB CDS können Sie die zu verwendende Art der Reportausgabe wählen: die *Klassische ChemStation-Reportausgabe*, die gegenüber der ChemStation B-Reportausgabe nicht verändert ist, oder die neuartige *Intelligente Reportausgabe*.

In den folgenden Abschnitten werden die beiden Arten von Reportausgabe beschrieben.

Auswirkungen der Aktivierung der intelligenten Reporterstellung

Wenn Sie die intelligente Reportausgabe verwenden möchten, müssen Sie sie in der Gerätekonfiguration der OpenLAB Systemsteuerung aktivieren.

Das Aktivieren der intelligenten Reportausgabe hat folgende Auswirkungen in ChemStation:

- Die Ansicht **Report Layout** zeigt den Reportvorlageneditor für die intelligente Reportausgabe an. Anstatt der klassischen Reportvorlagen können Sie nun Reportvorlagen für die intelligente Reportausgabe in dieser Ansicht bearbeiten.
- Die Ansicht **Review** ist eingeblendet.
- In den Dialogfeldern **Sequence Parameters** und **Specify Report** können Sie zwischen klassischer und intelligenter Reportausgabe wählen. Sie können die Einstellungen für die klassische Reportausgabe weiter verwenden und „klassische" Reportvorlagen nutzen, die bereits für das Gerät vorliegen.

Intelligente Reporterstellung

Vorteile der intelligenten Reporterstellung

Das Intelligent Reporting bietet Ihnen folgende Vorteile:

- Sie können die Ansicht **Review** verwenden.
- Die meisten Funktionen, die in verschiedenen Einstellungen und Dialogfeldern für das Classic Reporting verfügbar sind, sind nun Teil der Reportvorlagen. Sie können Reportvorlagen in der Ansicht **Report Layout** erstellen oder bearbeiten. Diese Ansicht enthält den neuen Reportvorlageneditor für das Intelligent Reporting. Der Reportvorlageneditor bietet mehrere leistungsstarke Funktionen:
  - Sie können auf alle Ergebnisdaten zugreifen, die von ChemStation generiert wurden, indem Sie das entsprechende Datenfeld auswählen.
  - Sie können eigene Ausdrücke erstellen, um Berechnungen mit den Datenfeldern vorzunehmen. Sie können einen gültigen Microsoft Visual Basic-Ausdruck verwenden.
  - Sie können Ausdrücke erstellen, mit denen Sie Berechnungen mit den benutzerdefinierten ChemStation-Feldern vornehmen.
  - Markierung von Ergebnissen: Sie können Ausdrücke erstellen, um bestimmte Ergebnisse abhängig von ihrem Wert zu markieren.
  - Snippets: Der Reportvorlageneditor bietet vorkonfigurierte Reportelemente, so genannte *Snippets*, die Sie per Drag-and-Drop in Ihre Reportvorlage einfügen können.
- Sie können das Werkzeug Report Template Documentation (Reportvorlagendokumentation) zur Erstellung von Beschreibungen Ihrer Reportvorlagen verwenden.
- Sie können folgende Werte gemäß dem europäischen Arzneibuch protokollieren (der Peak-to-Valley-Quotient steht auch beim Classic Reporting zur Verfügung, Einzelheiten zu den erforderlichen Feldern finden Sie im *Referenzhandbuch*):
  - Signal-Rausch-Verhältnis
  - Relative Retention
  - Relative Retentionszeit

Reportvorlageneditor (RTE) für die intelligente Reporterstellung

Reportarten

Sie können verschiedene Arten von Reports erstellen. Je nach Reportart enthält die Reportvorlage unterschiedliche Datenfelder und die Reportelemente werden unterschiedlich gruppiert.

Folgende Reportarten sind verfügbar:

- **Single Injection**

  Der generierte Report zeigt die Reportelemente aus der Vorlage separat für jede Injektion im aktuellen Datenbestand an. Sie können die Daten pro Injektion anzeigen, nicht jedoch die Ergebnisse verschiedener Injektionen in einer Tabelle oder Matrix miteinander vergleichen.

- **Single Sequence Summary**

  Der generierte Report zeigt die Reportelemente aus der Vorlage separat für jede Sequenz im aktuellen Datenbestand an. Sie können Ergebnisse unterschiedlicher Injektionen in einer Tabelle oder Matrix miteinander vergleichen, nicht jedoch die Ergebnisse aus verschiedenen Sequenzen.

- **Cross-Sequence Summary**

  Bei dieser Reportart werden die Daten *nicht* automatisch gruppiert. Sie müssen daher mehr auf die Gruppierung der Reportelemente achten, können im Gegenzug aber Reportelemente erstellen, die die Daten aus verschiedenen Sequenzen miteinander vergleichen.

Vorlagenformat

Alle Reportvorlagen basieren auf der Report Definition Language (RDL), bei der es sich um ein standardisiertes XML-Format von Microsoft handelt.

Zum Erstellen von Reportvorlagen können Sie entweder den Reportvorlageneditor (RTE, Report Template Editor) oder Microsoft SQL Server Business Intelligence Development Studio (BI Studio) verwenden:

- *RTE* bietet eine benutzerfreundliche Oberfläche, mit der Sie in wenigen Schritten eine Reportvorlage erstellen können. Der Editor unterstützt alle Arten von Reportelementen und die meisten zugehörigen Konfigurationsoptionen.

  Mit dem RTE können Sie keine Vorlagen bearbeiten, die mit BI Studio erstellt wurden. Wenn Sie solche Vorlagen in RTE erstellen müssen, wenden Sie sich bitte an den Agilent Kundenservice.

- *BI Studio* bietet den kompletten Umfang an Funktionen. Für die Arbeit mit BI Studio sind jedoch erweiterte Kenntnisse in der Vorlagenentwicklung erforderlich. Weitere Informationen finden Sie im *G4635-90007 Handbuch für Reportvorlagen-Entwickler*. Dieses Handbuch ist im Lieferumfang von OpenLAB ECM Intelligent Reporter enthalten. Wenden Sie sich an Agilent, wenn Sie eine Kopie des Handbuchs benötigen. Dieses Handbuch enthält auch detaillierte Beschreibungen der Agilent Reportvorlagen, die mit OpenLAB ECM Intelligent Reporter bereitgestellt werden. Diese Vorlagen sind speziell für die Verwendung in BI Studio konzipiert und enthalten die meisten der erweiterten Funktionen, die in RTE nicht verfügbar sind.

  In BI Studio können Sie jede Reportvorlage bearbeiten, ganz gleich, ob sie mit RTE oder mit BI Studio erstellt wurde.

Datenfelder

Sie können auf alle Ergebnisdaten zugreifen, die während einer Erfassung von ChemStation generiert wurden. Für jeden Wert können Sie das entsprechende Datenfeld auswählen, in dem der Wert gespeichert wird. Sie können die Datenfelder in der Reportvorlage gemäß Ihren Anforderungen anordnen. Die verfügbaren Datenfelder werden in folgenden Kategorien angeordnet:

- Sequenz
- Probe
- Injektion
- Signal

- Substanz
- Peak
- Kalibrierkurve
- Gerät
- Datei
- Projekt

Reportelemente

Je nach Ihren Anforderungen können Sie verschiedene Reportelemente zu einer Reportvorlage hinzufügen. Für jedes Reportelement können Sie mehrere Eigenschaften wie z. B. die Schriftart, die Hintergrundfarbe, Ausdrücke usw. konfigurieren. Es stehen folgende Reportelemente zur Verfügung:

- Textfelder
- Datenfelder
- Tabellen
- Matrizen
- Zusammengesetzte Gruppen
- Bilder
- Chromatogramme
- Kalibrierkurven
- Spektren
- Diagramme
- Methodeninformationen

Snippets

Der Reportvorlageneditor bietet Snippets, d. h. mehrere vorkonfigurierte Reportelemente oder Reportelementgruppen, die Sie per Drag-and-Drop in Ihre Reportvorlage einfügen können.

Diese Snippets sind beispielsweise vorkonfigurierte Tabellen für Substanzergebnisse oder Systemeignung, Chromatogramme für ein Einzel- oder Mehrfachsignaldiagramm oder Kontrollkarten für die Kalibriergenauigkeit oder Stabilität der Retentionszeit. Sie können die Snippets als Grundlage verwenden und sie entsprechend Ihren Anforderungen anpassen.

Benutzerdefinierte Berechnung

Im Reportvorlageneditor können Sie entweder die Werte der Datenfelder anzeigen, die von ChemStation generiert wurden, oder neue Werte für andere Zwecke berechnen. Sie können Ausdrücke mithilfe der vorhandenen Datenfelder erstellen und auch die benutzerdefinierten Felder verwenden.

Sie können die Werte als Variablen speichern und auf diese Variablen von einem nachfolgenden Reportelement in der Vorlage aus zugreifen.

Der Reportvorlageneditor bietet einen Editor für Ausdrücke, mit dem Sie gültige Ausdrücke erstellen können. Alle Ausdrücke basieren auf Microsoft Visual Basic.

Bedingte Formatierung

Sie können bestimmte Eigenschaften eines Felds oder einer Zelle abhängig von den Werten konfigurieren, die sich durch den Ausdruck ergeben. Wenn beispielsweise die Substanzmenge angezeigt wird, können Sie als Bedingung einen roten Hintergrund festlegen, wenn die Menge einen bestimmten Wert übersteigt.

Demodaten

Wenn Sie eine neue Reportvorlage in der Reportlayout-Ansicht entwickeln, stellt ChemStation Demodaten zur Verfügung, die im Reportvorlageneditor angezeigt werden, wenn Sie eine Vorlage bearbeiten oder in der Vorschau anzeigen.
Die Demodaten entsprechen dem Datensatz (Sequenz oder Einzelanalyse), der aktuell in der Navigationstabelle der Ansicht **Data Analysis** ausgewählt ist. Wenn Sie eine Vorlage für einen Sequenzzusammenfassungsreport entwickeln, müssen Sie eine Sequenz in die Datenanalyseansicht laden und einen Teil der Proben auswählen. Wenn Sie eine Vorlage für einen Einzelinjektionsreport entwickeln, genügt es, eine einzige Probe in der Datenanalyseansicht auszuwählen.

Speichern von Reportvorlagen

ChemStation bietet eine Reihe vordefinierter Reportvorlagen.
Diese Standardvorlagen befinden sich im Verzeichnis chem32\repstyle.

Bei Sequenzen befinden sich die für Sequenzzusammenfassungs- und Einzelinjektionsreports verwendeten Reportvorlagen im Ergebnissatz auf derselben Ebene wie die Sequenzmethoden. Es werden keine Reportvorlagen auf der Datendateiebene einer Sequenz gespeichert.

Bei einzelnen Proben befindet sich die Reportvorlage in der Datendatei.

Dialogfeld „Vorlagen durchsuchen“

Wenn Sie im Dialogfeld **Sequence Parameters** oder **Specify Report** nach Reportvorlagen suchen, können Sie die Vorlagen im Standardvorlagenverzeichnis und im Ergebnissatz synchronisieren.

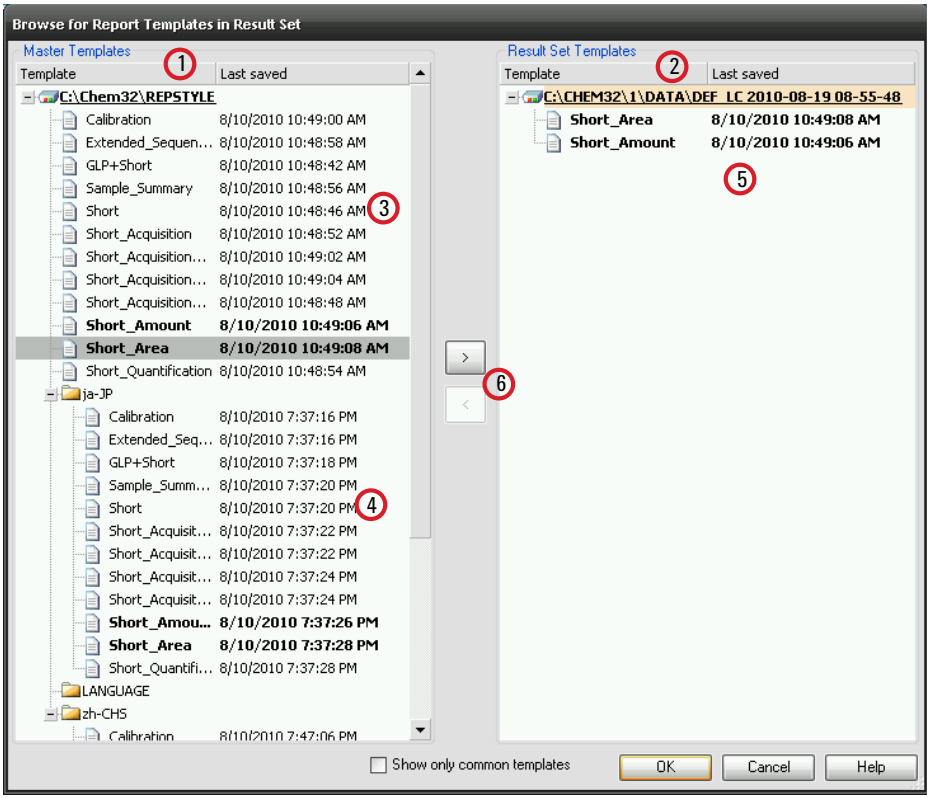


Abbildung 47 Dialogfeld **Browse for Report Templates in Result Set**

1 Auf der linken Seite sehen Sie die Vorlagen im Standardvorlagenverzeichnis (chem32/repstyle).

2 Auf der rechten Seite sehen Sie die Vorlagen im aktuell geladenen Ergebnissatz.

3 Zu jeder Vorlage wird das Datum angezeigt, an dem sie zuletzt gespeichert wurde. Die QuickInfo des Datums zeigt den letzten Logbuch-Eintrag der Vorlage.

4 Vorlagen können auch in Unterordnern von "chem32\repstyle" gespeichert werden.

5 Vorlagen, die sich sowohl im Ergebnissatz als auch im Standardvorlagenverzeichnis befinden, sind fett dargestellt. Hierbei müssen nur die Namen der Vorlagen übereinstimmen.

6 Sie können Vorlagen durch Drag-and-Drop oder mithilfe der Schaltfläche **>** vom Standardvorlagenverzeichnis in den Ergebnissatz kopieren.

Datendateiverwaltung bei deaktivierter Erstellung eindeutiger Ordner

Bei Verwendung der Option „Erstellung eindeutiger Ordner AUS“ werden die Vorlagen für Sequenzzusammenfassungsreports und Einzelinjektionsreports immer vom Standardvorlagenverzeichnis (chem32\repstyle) aus referenziert.

Speichern generierter Reports

Dateinamen für Einzelinjektionsreports

Wenn Sie im Dialogfeld **Specify Report** einen Dateinamen für den Einzelinjektionsreport angeben, können Sie folgende Token verwenden:

- <Date> – aktuelles Datum
- <Time> – aktuelle Uhrzeit
- <SeqN> Name der Sequenzdatei (lautet bei einer einzelnen Probe „_“)
- <Cont> – Name des Ergebnissatzes (lautet bei einer einzelnen Probe „_“)
- <SamN> – Probenname
- <Lims> – Lims-ID
- <InjD> – Injektionsdatum und -uhrzeit
- <File> – Datendateiname
- <SLoc> – Probenposition

Dateinamen für Sequenzzusammenfassungsreports

Wenn Sie in der Registerkarte **Sequence Output** des Dialogfelds **Sequence Parameters** einen Dateinamen für den Sequenzzusammenfassungsreport angeben, können Sie folgende Token verwenden:

- <Date> – aktuelles Datum
- <Time> – aktuelle Uhrzeit
- <SeqN> – Name der Sequenzdatei
- <Cont> – Name des Ergebnissatzes

Reportvorlagen in der zentralen Datenspeicherung

Wenn Sie ein zentrales Datenspeicherungssystem verwenden, werden Reportvorlagen als eigenständiger Dokumententyp behandelt. Sie können Vorlagen in die zentrale Datenspeicherung hochladen, Vorlagen aus der zentralen Datenspeicherung herunterladen oder alle lokalen Reportvorlagen mit der neuesten Version aus der zentralen Datenspeicherung aktualisieren.

Klassische Reporterstellung

Reportergebnisse

Es stehen zwei Reporttypen zur Verfügung:

- Ein unkalibrierter Report ohne Korrektur des Detektor-Response
- Ein kalibrierter Report mit korrigiertem Detektor-Response für unterschiedliche Substanzen.

Unkalibrierte Reports

Unkalibrierte Reports umfassen die Reports **Area%** und **Height%**. Diese Reports werden hauptsächlich zur Vorbereitung kalibrierter Reports verwendet.
Sie können auch als endgültiger Report benutzt werden, wenn die Substanzen vergleichbare Responsefaktoren aufweisen, sodass sich auch ähnliche Flächen- oder Höhenwerte ergeben.

Kalibrierte Reporte

In kalibrierten Reporten werden die unterschiedlichen Responsefaktoren der untersuchten Substanzen berücksichtigt. Eine oder mehrere Kalibrierproben mit bekanntem Gehalt dieser Substanzen müssen dazu unter identischen Bedingungen analysiert werden. Die integrierten Daten dieser Kalibrierprobe(n) werden zur Erstellung einer Kalibriertabelle benötigt. Das ist eine Liste mit Retentions-/Migrationszeiten, Mengen und Responsewerten, die zur Reporterstellung benötigt werden. Der kalibrierte Report beruht auf zwei Kalibrierverfahren, dem externen und dem internen Standard.

Report mit externem Standard

Der ESTD-Report erstellt eine Ergebnisliste mit Konzentrationseinheiten Ihrer Wahl oder Angaben der prozentualen Anteile an der Gesamtmenge der Substanzen. Das Verfahren des externen Standards erfordert die genaue Kenntnis der injizierten Volumina von Kalibrier- und Probenlösung.
Die Zuverlässigkeit dieses Reports hängt von der Reproduzierbarkeit der Injektionsvolumina und anderer Faktoren ab, die sich von Probe zu Probe ändern können.

Report mit internem Standard

Die Beschränkungen des Reports mit externem Standard entfallen bei der Verwendung eines internen Standards. Eine exakt bekannte Menge des internen Standards wird sowohl zur Kalibrierlösung als auch zur Probenlösung gemischt. Die Responsefaktoren jeder interessierenden Substanz werden durch den Response des internen Standards dividiert, womit das Response-Verhältnis errechnet wird. Die Kalibrierkurven werden als Auftragung dieses Response-Verhältnisses gegen das Mengenverhältnis gewonnen. Mit dieser Information werden die Ergebnisse im Report berechnet. Mit diesem Verfahren werden Fehler des Injektionsvolumens oder leichte Schwankungen des chromatographischen/elektropherographischen Systems mit Auswirkungen auf alle Substanzen berücksichtigt. Im ISTD-Report werden die Ergebnisse mit Einheiten Ihrer Wahl ausgegeben.

Kontrollkarten-Report

Beim Kontrollkarten-Report wird ein einzelnes Ergebnis für eine bestimmte kalibrierte Substanz über mehrere Läufe hinweg verfolgt. Die **Control Chart**-Funktion wird installiert, sobald ChemStation betriebsbereit ist. Am Ende eines Laufes, dessen Methode diese Funktion beinhaltet, wird das verfolgte Ergebnis direkt in ein Microsoft Excel-Datenblatt überführt. Schließlich wird der Report auch über Excel ausgedruckt.

Quantitative Ergebnisse

Der Reporttyp trägt den Namen der Berechnungsmethode, die zur Auswertung verwendet wurde, z. B. "ISTD-Report". Jeder Typ wird im Folgenden kurz beschrieben. Die Berechnungsmethoden für die einzelnen Reporte finden Sie in “Quantitative Ergebnisse” auf Seite 202.

Area% (Flächen%) erzeugt den einfachsten Report und erfordert keine Kalibrierdaten, da keine Korrektur des Detektor-Response für unterschiedliche Substanzen erfolgt. Dieser Reporttyp kann zur Entwicklung einer Kalibriertabelle zur Verwendung mit anderen Reportoptionen genutzt werden. Dieser Report ist für Analysen mit Substanzen geeignet, deren Responsefaktoren keine signifikanten Unterschiede aufweisen.

Height% (Höhen%) erzeugt einen Report ähnlich des Typs "Area%" (Fläche%), wobei anstelle der Peakfläche die Peakhöhe zur Berechnung verwendet wird.

Norm% erzeugt einen Report, in dem jede Komponente als prozentualer Anteil an der Gesamtmenge ausgegeben wird. Die Peaks werden vor der Berechnung hinsichtlich ihres Detektor-Response korrigiert.

ESTD (Externer Standard) erzeugt einen Report der aktuellen Menge jeder Substanz in frei wählbaren Einheiten. Die Mengenberechnung erfolgt mit einer zuvor erstellten Kalibriertabelle. Die Verwendung eines externen Standards erfordert die Kenntnis des Injektionsvolumens der Kalibriermischung.

ESTD% erzeugt einen Report der relativen Mengen jeder Substanz als prozentualer Anteil der injizierten Probe. Die Mengenberechnung erfolgt mit einer zuvor erstellten Kalibriertabelle. Die Verwendung eines externen Standards erfordert die Kenntnis des Injektionsvolumens der Kalibriermischung.

ISTD (Interner Standard) erzeugt einen Report mit den tatsächlichen Mengen jeder Substanz. Die Mengen werden mit einer zuvor erstellen Kalibrierkurve berechnet. Die Verwendung eines internen Standards in der Probe und der Kalibriermischung erfordert keine so exakte Kontrolle des Injektionsvolumens. Diese Methode korrigiert Schwankungen der Instrumentenleistung zwischen einzelnen Analysenläufen.

ISTD% erzeugt einen Report mit den relativen Mengen jeder Substanz als prozentualem Anteil der injizierten Probe. Die Verwendung eines internen Standards in der Probe und der Kalibriermischung erfordert keine so exakte Kontrolle des Injektionsvolumens. Diese Methode korrigiert Schwankungen der Instrumentenleistung zwischen einzelnen Analysenläufen.

Reporterstellung mit Werten der benutzerdefinierten Felder

Die Werte der benutzerdefinierten Felder, die einer Probe entsprechend ihrer Erfassungsmethode zugewiesen sind, können für den Report bearbeitet werden. Die benutzerdefinierten Felder befinden sich am Ende des Reportkopfes, der die allgemeinen Probeninformationen enthält. Die benutzerdefinierten Felder zu Substanzen befinden sich am Reportende.

Reportarten

Sie können zu einer beliebigen Reportart ein Signal hinzufügen, indem Sie das entsprechenden Kästchen im Dialogfeld „Report spezifizieren“ aktivieren.

Folgende Reportarten sind verfügbar:

- **None** - Es wird keinerlei Text in den Report aufgenommen. Das Chromatogramm wird nur dann als Report ausgegeben, wenn die Option „Chromatogrammausgabe hinzufügen“ ausgewählt ist.
- **Short** - Enthält quantitative Textergebnisse aller integrierten Signale, die im Dialogfeld „Signaldetails“ (nur bei LC) oder „Signal“ (nur bei GC) eingestellt sind. Die Peakbreite beim Kurzreport wird mit der komplexeren Formel mithilfe des Integrators berechnet: PB = 0,3(IPRight - IPLeft) + 0,7(Fläche/Höhe), wobei IPRight und IPLeft die Wendepunkte sind.
- **Detail** - Enthält einen Kopfteil, quantitative Ergebnisse in Textform und Kalibrierkurven. Der Kopfteil wird in der Datei RPTHEAD.TXT im Methodenverzeichnis gespeichert. Sie können den Kopfteil mit einem Texteditor bearbeiten, um einen für die Methode spezifischen Text hinzuzufügen.
- **Header** + **Short** - Enthält den Kopfteil der Datei und quantitative Textergebnisse. Der Kopfteil wird in der Datei RPTHEAD.TXT im Methodenverzeichnis gespeichert. Sie können den Kopfteil mit einem Texteditor bearbeiten, um einen für die Methode spezifischen Text hinzuzufügen.
- **GLP** + **Short** - Enthält Kopfteil, Probeninformationen, Gerätebedingungen, Logbuch, Signal und quantitative Ergebnisse. Der Kopfteil wird in der Datei RPTHEAD.TXT im Methodenverzeichnis gespeichert. Sie können den Kopfteil mit einem Texteditor bearbeiten, um einen für die Methode spezifischen Text hinzuzufügen.
- **GLP** + **Detail** - Enthält Kopfteil, Probeninformationen, Gerätebedingungen, Logbuch, Signal, Kalibrierkurven und quantitative Ergebnisse. Der Kopfteil wird in der Datei RPTHEAD.TXT im Methodenverzeichnis gespeichert. Sie können den Kopfteil mit einem Texteditor bearbeiten, um einen für die Methode spezifischen Text hinzuzufügen.
- **Full** - Enthält Kopfteil, Probeninformationen, Gerätebedingungen, Logbuch, Signale und quantitative Ergebnisse. Der Kopfteil wird in der Datei RPTHEAD.TXT im Methodenverzeichnis gespeichert. Sie können den Kopfteil mit einem Texteditor bearbeiten, um einen für die Methode spezifischen Text hinzuzufügen.

- **Performance** - Erstellt einen Report gemäß der Grenzwerte aus dem Dialogfeld „Leistungsgrenzen bearbeiten“ im Menü „Systemeignung“.

  Bei unkalibrierten Methoden enthalten die Reporte die Parameter Peaknummer, Retentions-/Migrationszeit, Peakfläche, Peakhöhe, Signalbeschreibung, tatsächliche Halbwertsbreite (siehe auch *Tatsächliche Peakbreite Bx [min]* im Referenzhandbuch), Symmetrie, k’, Effizienz (Böden) und die Auflösung für jeden Peak.

  Bei kalibrierten Methoden umfassen die Reportparameter Peaknummer, Retentions-/Migrationszeit, Substanzname, Menge, Signalbeschreibung, tatsächliche Halbwertsbreite, Symmetrie, k’, Effizienz (Böden) und die Auflösung für jeden Peak.

  Die Berechnung der halben Peakhöhe entspricht nicht der etwas komplexeren Formel für die Peakbreite, die vom Integrator verwendet wird. Die Werte für Effizienz und Auflösung beruhen auf dieser berechneten Peakbreite. Der Kopfteil des Reports umfasst alle relevanten Informationen zur Methode, einschließlich Gerät, Säule/Kapillare, Probe und Parameter der Datenerfassung. Das Signal wird zudem gezeichnet.

- **Performance + Noise** - Kombiniert die Reportvorlage „Systemleistung“ mit Berechnungen zum Rauschen für Bereiche, die im Dialogfeld „Rauschbereich bearbeiten“ im Menü „Systemeignung“ festgelegt werden. Außerdem ist das Rauschen als sechsfache Standardabweichung, als Peak-zu-Peak-Wert und als ASTM-Rauschen angegeben. Ferner werden Drift und Signalwanderung bestimmt.

- **Performance + Extended** - Erzeugt einen erweiterten Report mit allen Parametern aus den Leistungsberechnungen der Peaks und einzelnen Peakdarstellungen. Die Darstellungen umfassen die Basislinie, die Tangenten und die Peakbreiten bei definierten Höhen. Dieser Reporttyp beinhaltet nur kalibrierte Peaks.

  Zusätzlich zu den Parametern, die für den Leistungsreport ausgedruckt werden, werden weitere Parameter zur Peakleistung bestimmt: Es werden die Anfangs- und Endzeit des Peaks, Schräge, Überschuss, Peakbreite, Tailingfaktor gemäß USP, Zeitintervall zwischen Datenpunkten, Anzahl der Datenpunkte, statistische Momente, Böden, Böden pro Meter, Selektivität und Peakauflösung werden für jeden Peak ausgegeben. Die Peakbreite, Böden, Böden pro Meter, Selektivität und Auflösung werden mit der tatsächlichen Halbwertsbreite-, 5 Sigma-, Tangenten- und Tailing-Methoden berechnet (genauere Beschreibungen finden Sie in *Leistungstest-Definitionen* im Referenzhandbuch).

Der Kopfteil des Reports umfasst alle relevanten Informationen zur Methode, einschließlich Gerät, Säule/Kapillare, Probe und Parameter der Datenerfassung. Das Signal wird ebenfalls grafisch dargestellt. Eine vollständige Liste der Parameteralgorithmen für die Peakleistung finden Sie unter *Leistungstest-Definitionen* im Referenzhandbuch.

Die Spektrenreportarten (**Short + Spectrum**), **Detail + Spectrum**, **Performance + Library Search** sind unter *Informationen zu Ihrem Spektrenmodul* beschrieben.

Hinzufügen eines individuellen Reports zu den Reportvorlagen

Sie können der Liste der verfügbaren Reportvorlagen eine individuelle Reportvorlage hinzufügen, die Sie in der Ansicht "Reportlayout" von ChemStation erstellt haben.

HINWEIS Bei allen Reporten außer den Leistungsreporten sind die aufgelisteten Peakbreiten vom Integrator mit einer komplexeren Formel berechnet worden (weitere Informationen zur Peakbreitenberechnung finden Sie unter *Peakbreite* im Referenzhandbuch).

Weitere Parameter für die Reportvorlagen

Tabelle der Peaksummen

Die Tabelle der Peaksummen wird für einige Anwendungen für die petrochemische oder pharmazeutische Industrie geliefert und lässt sich folgendermaßen sehr wirksam einsetzen:

- Addition der Peakflächen, die innerhalb eines benutzerdefinierten Bereiches liegen
- Addition der Flächen eines Peakbereiches und Berechnung mit einem einzigen Multiplikator
- Addition der Flächen aller Peaks mit gleichem Namen

Wenn der Report erstellt ist, verwendet ChemStation die Tabelle der Peaksummen dazu, den Peaksummenreport zu generieren. Die Berechnungen erfolgen analog dem Standardreport, außer dass Norm% durch den Peaksummenreport ersetzt wird.

Reportvorlage für unkalibrierte Peaks

Wenn Sie die Reportvorlage für unkalibrierte Peaks verändern möchten, müssen Sie einen der folgenden Reporte im Dialogfeld "Specify Report" (Report angeben) auswählen.

- Über "Separately" (Separat) werden die unkalibrierten Peaks im Report in einer gesonderten Tabelle (wenn die Peaks nach der Retentions-/Migrationszeit sortiert sind) oder in getrennten Tabellen (wenn die Peaks nach dem Signal sortiert sind) angeführt.
- Über "With Calibrated Peaks" (Mit kalibrierten Peaks) werden die unkalibrierten Peaks zusammen mit den kalibrierten Peaks im Report angeführt.
- Über "Do Not Report" (Nicht protokollieren) werden die unkalibrierten Peaks überhaupt nicht in den Report aufgenommen.

Sequenzübersichtsreport

Überblick

ChemStation kann verschiedene Standardreports für einzelne Analysenläufe ausgeben. Der zusammenfassende Report einer Sequenz ist eine weitere Möglichkeit der Reporterstellung und ermöglicht Ihnen, Berechnungen und Parameterausgaben über mehrere Analysen zu erstellen. Das ist zum Beispiel als Beleg der Stabilität des Instrumentes oder einer neuen Methode erforderlich.

Ein zusammenfassender Report kann folgende Bestandteile aufweisen:

- Eine Titelseite
- Konfiguration der Analysengeräte einschließlich Revisionsnummer von Gerät und Einzelheiten zur analytischen Säule/Kapillare
- Eine Sequenztabelle mit einer Beschreibung des vorgesehenen Ablaufs der automatischen Analysen
- Logbucheinträge mit einer Beschreibung des Ablaufes der Sequenz mit unerwarteten Ereignissen, die während des Ablaufes auftraten
- Eine Methodenliste
- Einzelreports für jede Probe
- Eine statistische Auswertung der Analysen mit auszuwählenden Kriterien – *Statistische Daten werden nur für kalibrierte Substanzen* errechnet
- Ein Inhaltsverzeichnis mit Querverweisen auf die Seitennummern der Abschnitte mit detaillierten Informationen

Erstellung eines zusammenfassenden Reports für Sequenzen

Bei der Erstellung eines zusammenfassenden Reports für Sequenzen können Sie beliebige Kombinationen der folgenden neun Kategorien wählen, indem Sie die entsprechenden Kästchen aktivieren und, wo möglich, eine Reportvorlage mit der Auswahl „Template“ auswählen. Jede Vorlage spezifiziert Inhalt und Layout des spezifischen Abschnitts des zusammenfassenden Reports.

Sie können unter folgenden Reportvorlagen für zusammenfassende Reports wählen:

One Page Header

Die Vorlage GLP druckt GLP mit großen Buchstaben als Titelseite für den folgenden Report. Datum und Platz für eine Unterschrift sind vorgesehen.

Configuration

Bei Auswahl von **Configuration** können Sie die Gerätekonfiguration und die Daten der analytischen Säule/Kapillare in den Report einbeziehen.

Sequence Table

Bei Auswahl von **Sequence Table** können Sie eine Probenliste, Parameter zur Quantifizierung und Methodennamen in den Report einbeziehen. Diese Liste umfasst die vorgesehenen Aufgaben des Systems.

Logbook

Bei Auswahl von **Logbook** können Sie eine Liste der Analysenläufe einschließlich der Gerätebedingungen und aller unerwarteten Ereignissen während der Analysen der Proben erstellen.

Methods

Bei Auswahl von **Methods** können Sie eine Liste aller Methoden erstellen, die in einer reihe automatischer Analysen verwendet wurden.

Analysis Reports

Bei Auswahl von **Analysis Reports** erhalten Sie Reports der einzelnen Analysen gemäß der in der Methode gewählten Vorlage.

Einzelne Analysenreports können nach jeder Analyse mit der gewählten Reportvorlage der Methode ausgedruckt werden. Dies erfolgt zusätzlich zu den Reportabschnitten, die im **Sequence Summary Reporting** angegeben sind. Weitere Informationen hierzu finden Sie in „Sequenzausgabe“ weiter unten.

SUILabel Type = Application > Statistics for Calibrated and Sample Runs

Bei Auswahl von „Statistics cal. runs“ werden statistische Trendanalysen der Kalibrierproben erzeugt. Bei Auswahl von **Statistics** über Analysenläufe werden statistische Trendanalysen für unbekannte Proben erstellt. Beide Wahlmöglichkeiten bieten die Gestaltungsvorlagen “Standard-Statistic” und “Extended Statistic”. **Extended Statistics** gibt die statistischen Trends der Analysen in Form von Diagrammen aus, während **Standard Statistics** nur Text ausgibt. Die Auswahl im Dialogfeld **Items and Limits for Extended Statistics** werden nur bei Auswahl der Option **Extended Statistic** im Dialogfeld **Sequence Summary Parameters** verwendet.

Bei Auswahl der Option **Standard Statistic** im Dialogfeld **Sequence Summary Parameters** werden folgende statistische Auswertungen angeboten:

- Retentions-/Migrationszeit
- Fläche
- Höhe
- Menge
- Peakbreite (basierend auf der Reportvorlage, siehe “Reportarten” auf Seite 204)
- Symmetrie

Die statistische Auswertung unterscheidet nicht zwischen verschiedenen Kalibrierpunkten in einer Sequenz mit Mehrpunktkalibrierung. Das bedeutet, dass konzentrationsabhängige Angaben (Fläche, Höhe, Menge, siehe Dialogfeld „Elemente und Grenzwerte für die erweiterte Statistik“) unabhängig von der Kalibrierungsstufe zusammengefasst werden. Die Werte von **Statistics for Calibration Runs** sind bei Mehrpunktkalibrierungen in Sequenzen daher nicht anwendbar.

Übersicht

Bei Auswahl von **Summary** wird eine Übersicht über die analysierte Probenreihe und die verwendeten Methoden gedruckt. Wenn „Übersicht“ zusammen mit anderen Optionen aus „Sequenzübersicht“ gewählt wird, werden Verweise mit Seitenzahlen auf andere Teile in die Übersicht eingefügt. Es sind zwei Vorlagen für „Übersicht“ verfügbar:

Die **Sample Summary** präsentiert die Analysenläufe der Sequenz tabellarisch mit Probeninformationen, wie Probenname, Name der Datendatei, Methode und Nummer des Probenfläschchens.

Die **Compound Summary** fasst die Ergebnisse tabellarisch zusammen und nennt Ergebnisse der Quantifizierung für jede kalibrierte Komponente oder für jeden Peak. Dies hängt von dem in der Methode festgelegten Report ab.

Sequenzausgabe

Im Dialogfeld **Sequence Output** können Sie festlegen, wohin der Übersichtsreport der Sequenz gedruckt werden soll.

Wählen Sie **Report to file** und geben Sie einen Dateinamen an, damit der Report in diese Datei ausgegeben wird. Die Standardeinstellung ist die Ausgabe in die Datei GLPrprt.txt. Bei GC-Systemen mit Doppelinjektion werden die Dateien GLPrptF.txt und GLPrptB.txt für den vorderen bzw. hinteren Injektor angelegt.

Wählen Sie **Report to PDF**, um den Report als PDF-Dokument zu speichern. Der Report wird im Sequenzordner unter dem Namen „CLPrprt.PDF“ gespeichert.

Wählen Sie **Report to HTM**, um den Report im HTML-Format zu speichern. Der Report wird in einem HTM-Verzeichnis in dem unter **Sequence Parameters** angegebenen Verzeichnis gespeichert. Der HTM-Report besteht aus einer Indexdatei (index.htm) und mindestens zwei weiteren Dateien, einer Inhaltsdatei (contents.htm) und einer GIF-Datei (Graphics Interchange Format) für jede Reportseite (z. B. page1.gif). Öffnen Sie zum Anzeigen des HTML-Reports die Indexdatei in Ihrem Browser.

Wählen Sie **Report to printer**, um den Report über den Systemdrucker auszugeben. „Ein Report pro Analysenlauf“ aktiviert auch das Drucken von Probenreports nach jeder Analyse. Diese Reports werden zusätzlich zu den zusammenfassenden Reports am Ende der Sequenz ausgegeben. Sie können für diesen Ausdruck ein neues Ausgabeziel im Dialogfeld **Sequence Output** angeben oder das Ausgabeziel verwenden, das in der einzelnen Methode festgelegt wurde.

Report-Dateiformate

Jeder Report kann in verschiedenen Formaten gespeichert werden. Jedes Format weist eine eigene Dateinamenerweiterung auf. Es ist möglich, mehrere Formate für einen Report zu wählen.

.TXT Der Text des Reports wird als Unicode-Textdatei gedruckt.

.WMF Jede Grafik eines Reports (Signal oder Kalibrierkurve) wird als Microsoft Windows Metadatei (WMF) gesichert. Es können mehrere Metadateien für einen Report gespeichert werden. Dieses Dateiformat entspricht dem Microsoft-Standard für das Metadateiformat gemäß der Dokumentation zur Windows Softwareentwicklung. Diese Dateien sind mit dem Format der Aldus Placeable Metafiles (APM) kompatibel, das von einer Reihe von Softwarepaketen unterstützt wird.

.DIF Tabellarische Reportdaten werden im Data Interchange Format (DIF) gespeichert. Dieses Format wird von Tabellenkalkulationsprogrammen wie Microsoft Excel unterstützt. Unabhängig vom gewählten Reportformat werden nur die Informationen der Reportvorlage „Kurz“ gespeichert.

.CSV Dieses Format heißt Comma Separated Values (CSV, kommagetrennte Werte). Es ist ein sehr einfaches Format für tabellarische Daten und wird von vielen Tabellenkalkulationsprogrammen und Datenbanken akzeptiert. Unabhängig vom gewählten Reportformat werden nur die Informationen der Reportvorlage „Kurz“ gespeichert.

Für einen Report können mehrere .DIF- und .CSV-Dateien verwendet werden. Für jeden Reportblock enthält die erste Datei, z. B. REPORT00.CSV, die Informationen der Reportkopfzeile. Die nachfolgenden Dateien enthalten die tabellarischen Ergebnisse.

Wenn die Ergebnisse nach Retentions- bzw. Migrationszeit sortiert werden, ist nur eine Datei für die vollständige Tabelle erforderlich, zum Beispiel REPORT01.CSV.

Wenn die Ergebnisse nach dem Signal sortiert werden, ist für jedes Signal eine getrennte Tabelle erforderlich. In diesem Fall lautet die Namensgebung Report01.CSV bis ReportNN.CSV, wobei NN die Nummer des Signals ist.

.XLS Der Report wird in das XLS-Format der Tabellen von Microsoft Excel exportiert. Die Daten müssen im Allgemeinen nachbearbeitet werden.

.PDF Der Report wird in einer .pdf-Datei gesichert. Beim Setup von ChemStation wird ein PDF-Drucker namens „PDF-XChange 4.0“ installiert. Dieser Drucker

wird nur solange unter **Start**/**Einstellungen**/**Drucker und Faxgeräte** angezeigt, bis der Computer neu gestartet wird. Beim Start von ChemStation wird ein weiterer temporärer Drucker namens „ChemStation PDF“ gestartet, der auf dem PDF-XChange-Drucker basiert. Wenn eine ChemStation-Sitzung ausgeführt wird, ist ChemStation PDF in der Liste unter **Start**/**Einstellungen**/**Drucker und Faxgeräte** enthalten. Die Option **Unique pdf file name** ermöglicht das Speichern der .pdf-Reports unter dem Dateinamen <sequence_container_name>_<data_file_name>.pdf unabhängig von den Reports.

9
CE-spezifische Konzepte und Funktionen

Spezifische CE-Funktionen der Agilent ChemStation in der Ansicht „Method and Run Control“ (Methoden- und Analysenlaufsteuerung) 216
- Tabelle „Vial“ (Probenflasche) 216
- Tabelle "Method Conflict" (Methodenkonflikt) 218
- Tabelle "Sequence Conflict" (Sequenzkonflikt) 218
- Methodensimulation 219

Peakspitzentyp 220

Kalibrierarten 221
- Auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen 222
- Kalibrierung unter Verwendung der Mobilitätskorrektur 222

CE-MS 224
- Hintergrundsubtraktion 224

Methoden-Unterverzeichnisse für unterschiedliche CE-Modi 225

Dieses Kapitel ist nur relevant, wenn Sie die ChemStation zum Steuern von CE-Geräten verwenden.

Spezifische CE-Funktionen der Agilent ChemStation in der Ansicht „Method and Run Control“ (Methoden- und Analysenlaufsteuerung)

Tabelle „Vial“ (Probenflasche)

HINWEIS Die Funktion **Vial Table** steht nur in der Online-Sitzung der ChemStation zur Verfügung.

Die **Vial Table** ist eine Tabelle, welche die Probenflaschen im Probenteller nicht nur mit Proben, sondern auch mit aufgabenspezifischen Probenflaschen, z. B. Puffer, Spülflaschen, Probenflaschen für saubere Röhrchen und Auffanggefäß, verknüpft. Die **Vial Table** ist mit der Sequenztabelle verknüpft. Beim Laden einer Sequenz werden die Informationen aus der Sequenztabelle in die Tabelle „Vial“ (Probenflasche) kopiert. Die Einträge in der Tabelle „Vial“ (Probenflasche) werden jedoch nicht in die Sequenztabelle zurück übertragen. Das Dialogfeld **Vial Table Advanced Settings** wird angezeigt, wenn Sie in **Vial Table** auf die Schaltfläche **Advanced** klicken. In diesem Dialogfeld können Sie Warnmeldungen zu Konflikten zwischen der **Vial Table** und der Methode oder Sequenz und die Verwendung symbolischer Namen aktivieren. Um zu überprüfen, ob zwischen der **Vial Table** und der Methode und Sequenz Konflikte bestehen, müssen Sie die Option **Enable vial table checks and warnings** wählen.

Beim Laden einer Methode oder Sequenz werden die Zuordnungen der Probenflaschen in der **Vial Table** und die Zuordnungen in der Methode oder Sequenz auf Übereinstimmung hin überprüft. Wenn zwischen den Zuordnungen der Probenflaschen Konflikte vorhanden sind, können diese mit Hilfe der Tabellen **Conflict** leicht behoben werden.

HINWEIS Position 49 im Probenteller wird für die Nadel-Waschflasche verwendet und Position 50 bleibt leer, um die Hebevorrichtung in die Ausgangsposition zurückzufahren. Diese Positionen sind in der **Vial Table** nicht enthalten.

Die Spalte **Used in** der Tabelle „Vial“ (Probenflasche) ermöglicht die Verwendung der angegebenen Probenflasche. Für die Felder **Used in** gibt es fünf gültige Einträge:

Don’t Care Keine Prüfung auf Übereinstimmung erfolgt

Methode Die Probenflasche ist in der Methode aufgeführt

Sequenz Die Probenflasche ist in der Sequenztabelle aufgeführt

System Dies ist eine spezielle Probenflasche, die zur Systemkonfiguration gehört. Der **Name** muss einer der folgenden symbolischen Namen sein:

- **@INLET** die Einlass-Probenflasche
- **@OUTLET** die Auslass-Probenflasche
- **@FLUSH** die Wasch-Probenflasche
- **@WASTE** das Auffanggefäß
- **@clean tubes** die Probenflasche, die für das Reinigen der Auffüllleitungen verwendet wird
- **@USER X** (wobei X ein Wert zwischen 1 und 10 sein kann) als Sequenz-Platzhalter

  Diese Option ermöglicht die Angabe einzelner Probenflaschennummern für die symbolischen Namen, die in der Methode verwendet werden. Auf diese Weise kann der Benutzer unterschiedliche Probenflaschen für „Inlet Home“ (Einlass-Ausgangsposition), „Outlet Home“ (Auslass-Ausgangsposition), „Replenishment“ (Auffüllen), „Preconditioning“ (Vorbereitung), „Postconditioning“ (Nachbereitung) usw. für jede Zeile in der Sequenz angeben.

Not Used An dieser Position ist keine gültige Probenflasche vorhanden.

Tabelle "Method Conflict" (Methodenkonflikt)

Die **Method Conflict Table** wird angezeigt, wenn Sie eine Methode laden, in der Probenflaschen definiert sind, die einen Konflikt mit den in der Tabelle "Vial" (Probenflasche) definierten Probenflaschen verursachen. Die **Method Conflict Table** ist in zwei Hälften aufgeteilt. Die linke Hälfte enthält ein Abbild der **Vial Table** und die rechte Hälfte zeigt die Konflikt verursachenden Probenflaschen.

Zum Beheben dieser Konflikte können Sie die Probenflasche entweder ersetzen (Einzelpfeil) oder sie aus der Methode an die nächste freie Position in der **Vial Table** verschieben (Doppelpfeil). Dieser Vorgang kann für jede Probenflasche in der Tabelle ausgeführt werden, die einen Konflikt verursacht

Wenn benutzerdefinierte Probenflaschen (mit symbolischen Namen wie @User1, @User2) verwendet werden, kann der Konflikttest für diese Probenflaschen nicht ausgeführt werden, da ohne die Sequenzinformationen nicht ermittelt werden kann, ob ein Konflikt vorhanden ist oder nicht.

Tabelle "Sequence Conflict" (Sequenzkonflikt)

Die **Sequence Conflict Table** wird angezeigt, wenn Sie eine Methode einrichten oder laden, in der Probenflaschen definiert sind, die einen Konflikt mit den in der Probenflaschentabelle definierten Probenflaschen verursachen. Die **Sequence Conflict Table** ist in zwei Hälften aufgeteilt. Die linke Hälfte enthält ein Abbild der **Vial Table** und die rechte Hälfte zeigt die Konflikt verursachenden Probenflaschen.

Zum Beheben der Konflikte können Sie die Informationen in der **Vial Table** mit den Informationen aus der **Sequence Table** überschreiben. Wenn der Konflikt von einem Systemeintrag verursacht wird, kann der Eintrag nicht überschrieben werden. Sie können die **Sequence Conflict Table** auch schließen, ohne die Konflikte zu lösen.

Wenn benutzerdefinierte Probenflaschen (in den Spalten @User1, @User2 usw.) verwendet werden, kann der Konflikttest für diese Probenflaschen nicht ausgeführt werden, da ohne die Methodeninformationen nicht ermittelt werden kann, ob ein Konflikt vorhanden ist oder nicht.

Methodensimulation

Zum Überprüfen der Methode können Sie die Simulationsfunktion verwenden. Während der Simulation reflektiert das Diagramm die Aktionen, die für die Methode ausgeführt würden, d. h., die in der Methode angegebenen Probenflaschen werden für die Hebevorgänge angezeigt und Strom und Spannung werden so angezeigt, wie sie in einem tatsächlichen Analysenlauf angewendet werden würden. Die Simulation ist schneller als eine Analyse: Jeder Schritt dauert ca. 3 Sekunden. Ein Schritt entspricht einer Änderung im CE-Diagramm.

Um die Simulation zu starten, laden Sie die zu simulierende Methode und wählen Sie **Simulation** im Menü **Instrument**.

Peakspitzentyp

Anders als LC-, GC- oder MS-Peaks können CE-Peaks durchaus asymmetrisch sein. Daher ist die Möglichkeit, Integrationsparameter auszuwählen, um die höchste Genauigkeit und Reproduzierbarkeit zu erzielen, sehr wichtig für die quantitativen Ergebnisse.

Die folgenden Peakspitzentypen sind verfügbar, wenn Sie im Dropdown-Menü **Integration** die Option **Peak Top Type** wählen:

Highest Point (Höchster Punkt)

- wird ausgewählt, wenn der Peak dreieckig ist
- wenn unterschiedliche Konzentrationen verwendet werden

Parabolic Interpolation (Parabolische Interpolation)

- wird für das Tailing nicht getrennter Peaks verwendet

Center of Gravity (Schwerpunkt)

- bietet genauere Berechnungen bei dreieckigen Peaks
- Proben mit ähnlichen Konzentrationen

Gauss Fit (Gauß-Anpassung)

- wird für symmetrische Peaks verwendet

Kalibrierarten

Die Standardkalibrierung basiert auf der Peakfläche oder -höhe. Wenn Sie **Standard Calibration** wählen, können Sie die Option **Calculate Signals Separately** oder **Calculate with Corrected Areas** wählen.

Sie wählen die Option "Signale separat berechnen", wenn Sie sicherstellen möchten, dass in der Berechnung von Norm%-Reporten das Mengenprozent separat aufgezeichneter Signale für jedes Signal 100 % ergibt. Wenn Sie die Option **Calculate signals separately** (Signale separat berechnen) deaktivieren, ergibt das Mengenprozent aller Signale 100 %. Die Auswahl der Option **Calculate signals separately** ist eine Voraussetzung für das Sortieren der Signale in der Kalibriertabelle.

Wählen Sie **Calculate with Corrected Areas**, um eine Korrektur an der Peakfläche basierend auf der Migrationszeit vorzunehmen. In diesem Modus wird die Fläche durch die Migrationszeit dividiert, was die Reproduzierbarkeit in der quantitativen Analyse verbessern kann, wenn die Migrationszeiten instabil sind.

Zusätzlich zur Standardkalibrierung gibt es drei 3 Kapillarelektrophorese-spezifische Kalibrierungen, die auf der Migrationszeit eines Signals basieren.

In der Dropdown-Liste für die Kalibriertabelle sind die folgenden Kalibriertypen verfügbar.

- **Standard Calibration**
- **Protein Molecular Weight Calibration**
- **DNA Base-Pair Calibration**
- **Capillary Isoelectric Focusing Calibration**

Weitere Informationen zu Kapillarelektrophorese-spezifischen Kalibrierungen finden Sie im Handbuch *OpenLAB CDS ChemStation Edition – Referenz zu Funktionsprinzipien*.

Auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen

Auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen in einer Sequenz verwenden

Auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen und Neukalibrierungen können in eine Sequenz einbezogen werden. Es werden jedoch nur explizite Kalibrierungen und zyklische Neukalibrierungen unterstützt. Umschließende Neukalibrierungen werden nicht unterstützt. Für auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen ist kein Sequenz-Übersichtsreport verfügbar.

Reportstile für auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen

Die für auf Migrationszeit basierende Kalibrierungen verfügbaren Reportstile sind auf **Short** (quantitative Testergebnisse) und **Full** Reports (Kopfzeile, Probeninformationen, Instrumentenbedingungen, Logbuch, quantitative Ergebnisse und Peakreinheitsdiagramm) begrenzt.

Kalibrierung unter Verwendung der Mobilitätskorrektur

Minimale Abweichungen an der Pufferzusammensetzung, der Temperatur des Analysenlaufs oder der Viskosität sowie der Adsorption an der Kapillarwand können sich auf den EOF auswirken und zu seiner Instabilität führen.
Die sich daraus ergebende Änderung des EOF kann zu einer hohen Standardabweichung der Migrationszeit führen. Korrekturen der Mobilitätswerte können die Auswirkungen der Abweichungen der Migrationszeit von Analysenlauf zu Analysenlauf signifikant reduzieren, indem die Migrationszeit eines Referenzpeaks für die Mobilität überwacht wird. Dies wiederum führt zu einer erhöhten Reproduzierbarkeit der Migrationszeit.

Der Referenzpeak für die Mobilität sollte mit den folgenden Prioritäten ausgewählt werden:

- Wählen Sie den Peak mit dem höchsten Signal
- Wählen Sie den am stärksten isolierten Peak
- Der EOF-Marker oder der interne Standard können ebenfalls als Referenzpeak für die Mobilität verwendet werden
- Vergrößern Sie das Suchfenster, damit der Referenzpeak für die Mobilität immer angezeigt wird

- Wenn im Suchfenster mehrere Peaks angezeigt werden, wird der Peak mit dem höchsten Signal automatisch als Referenzpeak für die Mobilität ausgewählt.

Es sind zwei Korrekturarten für Mobilitätswerte verfügbar:

Korrektur der effektiven Mobilität

Effective Mobility Correction verwendet die effektiven Mobilitätswerte aller Peaks; hierzu sind die Daten zum Spannungsanstieg und das Elektropherogramm erforderlich. Die Korrektur der effektiven Mobilität ermöglicht zudem, dass die tatsächlichen effektiven Mobilitätswerte für alle Probenkomponenten ermittelt werden können.

Korrektur der relativen Mobilität

Bei der **Relative Mobility Correction** sind keine Spannungsdaten erforderlich, sondern es wird für alle Messungen eine konstante Spannung angenommen.

CE-MS

Hintergrundsubtraktion

Wenn Sie die Option **Subtract Background** (BSB) wählen, wird das zuletzt ausgewählte Massenspektrum von den einzelnen Punkten im aktuellen Elektropherogramm subtrahiert. Die resultierenden Daten werden im gleichen Verzeichnis und unter demselben Namen wie die ursprüngliche Datendatei gespeichert, die Dateiendung lautet jedoch .BSB.

Die neue Datendatei wird zur aktuellen Datendatei und das Elektropherogramm mit dem subtrahierten Hintergrund wird angezeigt. Die Anzahl der durchgeführten Hintergrundsubtraktionen wird im Bedienereintrag des Datendatei-Headers festgehalten.

Wenn Sie die BSB-Daten in tabellarischer Form anzeigen, treten aufgrund der Präzision der Datendarstellung möglicherweise Unterschiede auf.

HINWEIS

Die HILFE-Textdateien im LC/MS-System beziehen sich nur auf LC- und nicht auf CE-Parameter. Einige Funktionen, die in der LC/MS-Software verfügbar sind, sind in CE/MS-Anwendungen entweder nicht verfügbar oder nicht anwendbar, werden aber in LC verwendet. Die Funktion **peak matching** ist für CE-MS nicht anwendbar und ist daher nicht aktiv. Bei der CE-MS-Analyse findet die UV- und MS-Detektion bei unterschiedlichen effektiven Längen der Trennkapillare statt. Aufgrund der unterschiedlichen Auflösung bei unterschiedlichen effektiven Längen ist die Feststellung der Peakübereinstimmung nicht möglich.

Methoden-Unterverzeichnisse für unterschiedliche CE-Modi

Methoden in CE sind abhängig vom ausgewählten CE-Modus. Daher werden sie im Unterverzeichnis "Method" in unterschiedlichen Unterverzeichnissen gespeichert:

CE Enthält Methoden für den CE-Modus

CEC Enthält Methoden für den CEC-Modus

CEp Enthält Methoden für den Modus CE plus Druck

CEMS Enthält Methoden für den Modus CE-MS

CEMSp Enthält Methoden für den CE MS plus-Druckmodus

Software-Vokabular

@

@clean tubes
    @Leitungsreinigung
@FLUSH
    @SPÜL
@INLET
    @EINLASS
@OUTLET
    @AUSLASS
@USER X
    @BEABEITER X
@WASTE
    @ABFALL

A

Acq Method
    Erfassungsmethode
Acquisition Method Viewer
    Erfassungsmethodenansicht
Acquisition Method Viewer...
    Erfassungsmethodenansicht...
Add
    Hinzufügen
Add Data Files...
    Datendateien hinzufügen...
Add Pause to Queue
    Pause zu Wartschlange hinzufügen
Advanced
    Erweitert
Always ask user to choose an option
    Benutzer immer auffordern, eine Option auszuwählen
Analysis Method
    Analysemethode
Analysis Reports
    Analysenreports
Append Lines
    Zeilen anhängen
Apply Manual Events from Method
    Verwenden der manuellen Ereignisse aus der Methode
Automatic update for selected runs
    Automatische Aktualisierung ausgewählter Analysenläufe

B

Back
    Hinten
Back Sample List
    Hintere Probenliste
Batch
    Batchverfahren
Blank
    Blindlösung
Bracketing
    Umschließend
Bracketing/Cyclic
    Umschließend/Zyklisch
Break Session Lock
    Sitzungssperre aufheben
Browse
    Durchsuchen
Browse for methods in master paths
    Methoden in Hauptpfaden suchen
Browse for Report Templates in Result Set
    Reportvorlagen im Ergebnissatz suchen
Browse for templates in master paths
    Vorlagen in Hauptpfaden suchen

C

Calculate signals separately
    Signale separat berechnen
Calculate Signals Separately
    Signale separat berechnen
Calculate with Corrected Areas
    Mit korrigierten Flächen berechnen
Calibrant
    Kalibrierlösung
Calibration
    Kalibrierung
Calibration Interval
    Kalibrierintervall
Calibration Mode
    Kalibriermodus
Capillary Isoelectric Focusing Calibration
    Kalibrierung der Kapillar-isoelektrischen Fokussierung
Change Root...
    Stammverzeichnis wechseln...
Character
    Zeichen
Chem32\<instrument>\TEMP\AESEQ
    Chem32\<Gerät>\TEMP\AESEQ
ChemStation Administrator
    ChemStation-Administrator
ChemStation Analyst
    ChemStation-Analytiker
ChemStation Data Analysis
    ChemStation Datenanalyse
ChemStation Lab Manager
    ChemStation-Lab-Manager
ChemStation Operator
    ChemStation-Bediener

Choose Master Method to update
Mustermethode zum Aktualisieren auswählen
Close
Schließen
Column Chooser
Spaltenauswahl
Commands
Befehle
Compound Details
Substanzdetails
Compound Summary
Substanzübersicht
Computer name
Computername
Configuration
Konfiguration
Configuration Editor
Konfigurationseditor
Conflict
Konflikt
Control Chart
Kontrollkarten
Counter
Zähler
Create New Result Set
Neuen Ergebnissatz erstellen
Cross-Sequence Summary
Sequenzübergreifende Zusammenfassung
Current date
Aktuelles Datum
Current time
Aktuelle Uhrzeit
Custom Fields
Benutzerdefinierte Felder
Cyclic
Zyklisch

D

Data
Daten
Data Analysis
Datenanalyse
Data Analysis Navigation table
Datenanalyse
Data Analysis Task
Datenanalyseaufgabe
Data Location
Datenspeicherort
Data Storage
Datenspeicherung
Datafile
Datendatei
Delete Lines
Zeilen löschen
Delete temporary Sequence Template after completion
Temporäre Sequenzvorlage nach Fertigstellung löschen
Detail
Details
Disconnect
Verbindung abbrechen
DNA Base-Pair Calibration
Kalibrierung des DNA-Basenpaars
Download method to instrument
Methode auf Analysegerät herunterladen
Dual Simultaneous Injections
Parallelinjektionen

E

Easy Sequence Setup
Easy Sequence-Setup
Effective Mobility Correction
Korrektur der effektiven Mobilität
Enable vial table checks and warnings
Überprüfung und Warnmeldungen der Probenflaschentabelle aktivieren
Exit
Beenden
Extended
Erweitert
Extended Statistic
Erweiterte Statistik
Extended Statistics
Erweiterte Statistik

F

File
Datei
Fill Samples
Proben füllen
Filldown Options
Filldown-Optionen
Filter Options
Filter-Optionen
Finish Queue Sequence
Sequenz-Warteschlange fertigstellen
Fract. Start
Frakt. Start
Front
Vorne
Full
Vollständig

H

Header
Kopfteil
Help
Hilfe
Hide
Ausblenden

I

Import Sample Container Type
Probenbehältertyp importieren

Import Samples
Proben importieren

Import Samples...
Proben importieren...

injection volume
Injektionsvolumen

injections/vial
Injektionen/Probenflasche

Injector Location
Injektorposition

Insert Line
Zeile einfügen

Insert/Filldown Wizard
Einfügen-/Filldown-Assistenten

Instrument
Gerät

Instrument Control
Gerätesteuerung

Instrument name
Gerätename

Integration Events Table
Tabelle der Integrationsereignisse

ISTD amount
ISTD-Menge

Items and Limits for Extended Statistics
Elemente und Grenzwerte für die erweiterte Statistik

L

Library Search
Bibliothekssuche

Load
Laden

Load Easy Sequence Setup
Easy Sequence-Setup laden

Logbook
Logbuch

M

Manage Rules and Alerts...
Regeln und Warnmeldungen verwalten...

Manual Events
Manuelle Ereignisse

Manual update ...
Manuelle Aktualisierung ...

Menu
Menü

Messages and warnings
Nachrichten und Warnungen

Method
Methode

Method and Run Control
Methoden- und Analysenlaufsteuerung

Method Conflict Table
Tabelle Methodenkonflikt

Method Resolution Info
Informationen zum Methodenabgleich

Methods
Methoden

N

Name Pattern
Namensmuster

New
Neu

New method from instrument
Neue Methode von Analysegerät

No Recalibration
Keine Rekalibrierung

Noise
Rauschen

None
Keine

Number of Samples
Anzahl Proben

O

One Page Header
Kopfzeilen auf einer Seite

Open Easy Sequence Setup
Easy Sequence-Setup öffnen

Options
Optionen

P

Part of method to run
Auszuführender Methodenteil

Partial Recalibration
Partielle Neukalibrierung

Partial Sequence
Teilsequenz

Path
Pfad

Paths
Pfade

peak matching
Peakübereinstimmung

Peak Top Type
Peakspitzentyp

Pending
Ausstehend

Performance
Leistung

Preferences
Voreinstellungen

Preview/Print Sequence...
Vorschau/Sequenz drucken...

Print
Drucken

Printer
Drucker
Protein Molecular Weight Calibration
Kalibrierung des Protein-Molekulargewichts

Q

QC Sample
QS-Probe
Queue Method
Methode in Warteschlange stellen

R

Read Bar Codes
Barcodes lesen
Read-Only
Schreibgeschützt
Recalculate With Method
Mit Methode neu berechnen
Recalibration of all Retention/Migration Times
Neukalibrierung aller Retentions-/Migrationszeiten
Relative Mobility Correction
Korrektur der relativen Mobilität
Remove
Entfernen
Remove Manual Events from Method
Entfernen der manuellen Ereignisse aus der Methode
Remove selected Data Files
Ausgewählte Datendateien entfernen
Report Layout
Reportlayout
Report Templates
Reportvorlagen
Report to file
Report in Datei
Report to HTM
Report in HTM
Report to PDF
Report in PDF
Report to printer
Report auf Drucker
reprocess
Erneut verarbeiten
Reprocess
Erneut verarbeiten
Reprocess Only
Nur erneute Verarbeitung
Reprocessing only
Nur erneute Verarbeitung
Resolve Settings
Einstellungen abgleichen
Restore initial order
Anfangsreihenfolge wieder herstellen
result set
Ergebnissatz
Result Set Migration
Migration von Ergebnissätzen
Review
Überprüfung
Run Method
Methode ausführen
Run Queue
Analysenwarteschlange
Run Sequence
Sequenz ausführen
Run Time Checklist
Runtime-Checkliste

S

sample amount
Probenmenge
Sample entry
Probeneingabe
Sample Entry
Probeneingabe
Sample Info
Probeninfo
Sample List
Probenliste
Sample Name
Probenname
Sample Summary
Probenübersicht
Sample type
Probentyp
Sample Type
Probentyp
Samples
Proben
Samples/Injections
Proben/Injektionen
Save and Add to Queue
Speichern und zur Warteschlange hinzufügen
Save as New Master Method
Als neue Mustermethode speichern
Save method with Data
Methode mit Daten speichern
Screen
Bildschirm
Select Destination
Ziel auswählen
Select Method Path
Methodenpfad auswählen
Select Sequence Template
Sequenzvorlage auswählen
Select Source
Quelle auswählen
Sequence
Sequenz
Sequence > Create New Result Set
Sequenz > Neuen Ergebnissatz erstellen
Sequence Conflict Table
Tabelle Sequenzkonflikt

Sequence Diagram
Sequenzdiagramm
Sequence End
Sequenzende
Sequence Location
Sequenz-Speicherort
Sequence Method
Sequenzmethode
sequence methods
Sequenzmethoden
Sequence name
Sequenzname
Sequence Name
Sequenznamen
Sequence Output
Sequenzausgabe
Sequence Parameters
Sequenzparameter
Sequence Preview
Sequenzvoransicht
Sequence Start
Sequenzstart
Sequence Summary Parameters
Sequenzübersichtsparameter
Sequence Summary Reporting
Sequenzübersichtsreport
Sequence Table
Sequenztabelle
Short
Kurz
shutdown
Herunterfahren
Signal/Review options
Signal-/Überprüfungsoptionen
Signal/Review Options
Signal-/Überprüfungsoptionen
Simple Calibration
Einfache Kalibrierung
Single Injection
Einzelinjektion
Single Sequence Summary
Einzelsequenzzusammenfassung
Specify Report
Report angeben
Spectrum
Spektrum
Standard Calibration
Standardkalibrierung
Standard Statistic
Standardstatistik
Standard Statistics
Standardstatistik
Starting Vial Location
Startposition Flasche
Statistics
Statistik
Statistics for Calibration Runs
Statistik für Kalibrierläufe
Subtract Background
Hintergrund subtrahieren
SUILabel Type = Application > Statistics for Calibrated and Sample Runs
SUILabel Type = Applikation > Statistiken für kalibrierte Analysenläufe und Probenläufe
Summary
Übersicht

T

Take over ChemStation Remote Session
ChemStation-Remote-Sitzung übernehmen
Target Mass
Zielmasse

U

Unique folder Creation
Erstellung eindeutiger Ordner
Unique Folder Creation
Erstellung eindeutiger Ordner
Unique folder Creation OFF
Erstellung eindeutiger Ordner AUS
Unique Folder Creation Off
Erstellung eindeutiger Ordner AUS
Unique Folder Creation OFF
Erstellung eindeutiger Ordner AUS
Unique Folder Creation ON
Erstellung eindeutiger Ordner EIN
Unique pdf file name
Eindeutiger PDF-Dateiname
Unload Current Dataset
Aktuellen Datensatz entladen
Update any Master Method ...
Beliebige Mustermethode aktualisieren ...
Update Manual Events of Method
Aktualisierung der manuellen Ereignisse in der Methode
Update Master Method
Mustermethode aktualisieren
Update master methods
Mustermethoden aktualisieren
Update Methods
Methoden aktualisieren
Update Methods...
Methoden aktualisieren...
Upload method from instrument
Methode von Analysegerät hochladen
Use current method
Aktuelle Methode verwenden
Use method from data file
Methode aus Datendatei verwenden
Use reference
Referenz verwenden
Use sequence method
Sequenzmethode verwenden
Use Sequence Table information
Sequenztabelle verwenden
Used in
Verwendet in

User name
Benutzername

V

Vial Table
Tabelle „Vial“ (Probenflasche)
Vial Table Advanced Settings
Erweiterte Einstellungen für die Probenflaschentabelle
View
Ansicht
View Method
Methode anzeigen
View saved Report File(s)
Gespeicherte Reportdatei(en) anzeigen
View Saved Report File(s)
Gespeicherte Reportdatei(en) anzeigen
View Saved Sequence Summary Report File(s)
Gespeicherte Sequenzzusammenfassungsreportdatei(en) anzeigen
View with Instrument Configuration...
Mit Gerätekonfiguration anzeigen
View with Original Configuration...
Mit Originalkonfiguration anzeigen

Index

A

Abbrechen
  Sequenz 104
Abweichung (%) 128
ACAML 169
ACQ.TXT 38
aktualisieren
  Responsefaktor 126
  Retentionszeit 126
Aktualisierung
  Methode 100, 57
  Mustermethode 56
  Responsefaktor 126
  Retentionszeit 126
Analoges Signal 70
Analyse
  Genauigkeit 188
Anpassen
  Kurve 180
Anpassung
  Datenanalyse 66
Arbeitsabläufe
  Datenprüfung 171
Ausdruck 192, 196
Ausgabeziel
  Report 190
Ausschalten
  Automatisch 124
  Makro 124
  System 124
Automation 30, 77
Automatisch
  Ausschalten 124
  Bibliothekssuche 64
  Neukalibrierung 125
Automatisierung
  Was ist? 79

B

Bedingte Formatierung 196
Benutzerdefinierte Berechnung 196
Benutzerdefinierte Felder 45, 192
Bereiche
  Kalibrierung 179
BI Studio 194
Bibliothekssuche 64
Blind-
  läufe 120
Business Intelligence Development Studio 194

C

CDS 9
ChemStation
  Anpassung 30
  Explorer 53

D

DA.M 38, 67, 159
Data Store 13
Datei
  Methode 51
Dateiformate
  Ergebnisreport 212
Dateiname
  Einzelinjektionsreport 199
  Präfix 121
  Sequenzzusammenfassungsreport 1
  99
Datenanalyse
  Angepasst 66
  Batchüberprüfung 27
  erneute Verarbeitung 28
  Methode 47
  Neuberechnung 28
  neu 25
  Optionen 25
  Quantifizierung 26
Datenerfassung 23, 70
Datenfelder 194
Datenpfad 71
Datenprüfung 169
Datenspeicher 8
Datenspeicherung 115
Demodaten 196
Detektorresponse 175
Digitales Signal 70
DOC 171

E

Easy Sequence 91
ECM 8, 13
Einzelinjektionsreport 193
Einzelsequenzreport 193
ELN 9
Erfassungsmethodenansicht 54
Erfassungsparameter 38
Ergebnissatz 39
  Migration 122
  Selbst zusammengestellt 164
Erneut verarbeiten 160

Erneute Verarbeitung 28, 39, 116
Ersetzen 127
Erstellung eindeutiger Ordner
  Ein-/Ausschalten 113
europäisches Arzneibuch 31, 101, 109, 158, 192
Extrapolation 179
EZChrom 8

F

Farbcodierung 75
Fernsteuerung 10
Formatierung
  Reportvorlage 196

G

Genauigkeit
  Analyse 188
Gerätesteuerung 44
Gerät
  Status 75
GLP-Daten speichern 66
GLPSave.Reg 66
  Mit Methode speichern 66
Gute Laborpraxis 32

I

Integration
  Ereignisse 44
  Ergebnistabelle 64
Intelligent Reporting
  Vorteile 192
intelligente Reportausgabe
  aktivieren 191
  Anforderungen 169
Intelligente Reporterstellung
  Datendateien 170
  Vorschau 171
Intervall
  Rekalibrierung 128

K

Kalibrierkurve
  anpassen 180
  Arten 175
  Einstufig 175
  mehrstufige 177
  Verlauf durch Koordinatenursprung erzwingen 180
  Wichtung der Kalibrierpunkte 181
Kalibriertabelle
  Was ist? 183
Kalibrierung
  Bereiche 179
  Häufigkeit 128
  Kurvenanpassung 180
  mehrstufig 177
  Probe 174
  Punkt 174
  Stufe 174
  Substanz 174
  umschließend 127
  Zyklisch mehrstufig 130
keine Aktualisierung 127
klassische Reportausgabe 29
Konfiguration 14
Koordinatenursprung
  Behandlung 180
  einschließen 180
  erzwingen 180
  ignorieren 180
  verbinden 180
Kurve
  anpassen 180

L

Leerprobe 101
Letztes-Ergebnis-Modus 159

M

Makro
  Ausschalten 124
Markierung von Ergebnissen 192
Mehrfachprobengeber 82, 120
Mehrstufige Kalibrierung 177
Mehrstufig
  Kalibrierung 177
  Zyklische Sequenzen 130
Mengenbegrenzungen 176
Methode
  Ändern 48
  automatische Aktualisierung 107, 100
  bearbeiten 49
  bestimmte verwenden 157
  Bibliothekssuche 64
  Erfassungsparameter anzeigen 54
  Erstellen 48
  GLPSave.Reg 66
  Integration 64
  manuelle Aktualisierung 107, 57, 56
  Online-Modus 52
  Status 75
  Teile 44
  Verzeichnis 51
  Zusammenfassung des Ablaufs 61
Methodenbaum 53
Methodendatei
  Geräteparameter 51
Methodeninformationen 44
Methoden
  Offline-Modus 52
Methodentyp
  Datenanalyse 47
  Datendatei 47
  Muster 46
  Sequenz 46
Migration

Ergebnissatz 122

N

Nach Analysenlauf
Befehl 66
Makro 66
Namensmuster 98
Navigationstabelle
Datendateien entfernen 164
Datensatz entladen 164
neu berechnen
letztes Ergebnis 159
Neuberechnung 28, 39, 156
Neukalibrierung
Automatisch 125
Partiell 188
Retentionszeit 188
Unidentifizierte Peaks 188
Vollständig 188

P

Partielle Neukalibrierung 188
Pause
Sequenz 104
PDF 171, 171
Peak
Identifizierung 45, 64
Quantifizierung 45, 64
Pfade 70
Präfix 121
Probenbehälter 82
Probeneingabe 82
Probe
Kalibrierung 174
unbekannte 185

R

RDL 194
Referenzdatendatei 101, 158
Referenzsignal 31
Rekalibrierung
Intervall 128
Mittelwert 127
Warum? 188
Was ist das? 188
Remote-Desktop-Verbindung 12
Remote-Sitzung übernehmen 11
Reportart
Einzelinjektion 193
Sequenzübergreifend 193
Reportarttype
Einzelsequenz 193
Reportausgabe 29
Reportelemente 195
Reporterstellung 169
Report
Arten 204
Ausgabeziel 190
Benutzerdefinierte Felder 192
Dateiformate 212
Dateiname 199
Einzelinjektion 190
klassisch oder intelligent? 191
Markierung von Ergebnissen 192
Sequenzzusammenfassung 190
Unkalibriert 201
Was ist? 190
Reportvorlageneditor 194
Reportvorlage
Bedingte Formatierung 196
Benutzerdefinierte Berechnung 196
durchsuchen 197
Format exportieren 171
Format 194
Reportelemente 195
Snippets 192, 195
Speichern 197
Standard 171
Reportvorschau 171
Response
Detektor 175
Retentionszeit
Neukalibrierung 188
RTE 194
Runtime-Checkliste
Befehl nach Analysenlauf 66
Datenanalyse 64
Datenerfassung 63
GLP-Daten speichern 66
Kopie der Methode speichern 67
Makro nach Analysenlauf 66

S

Selbst zusammengestellter Ergebnissatz 164
Sequenzen
Setup 91
Sequenzparameter 71, 81, 161
Sequenz
Abbrechen 104
bearbeiten 97
Blindläufe 120
Erfassen 97
erneut verarbeiten 160
erstellen 97, 86
laden 154
Pause 104
Rekalibrierungsparameter 126
speichern 97
Stoppen 104
Sequenz-
Tabelle 85
Sequenz
Vergabe von Dateinamen 120
Zyklische Kalibrierung 130
Sequenztabelle
Rekalibrierung 126
Sequenzübergreifende Report 193
Sequenzübersichtsreport

Analysenreports 209
Ausgabespezifikation 211
Konfiguration 209
Kopfzeile 209
Logbuch 209
Methoden 209
Probentabelle 209
Sequenztabelle 209
Statistik 210
Übersichtsseite 210
Sequenzvorlage 80
Signal-Rausch-Verhältnis 101, 109, 158
Signal
Details 44
Sitzung trennen 10
Sitzung übernehmen 11
Snippets 192, 195
Software-Überblick
Betriebssystem 13
Datenmodell 16
Methoden und Sequenzen 14
Systemkonfiguration 14
Speichern mit Daten
Kopie der Methode 67
Standby-Status 124
Status
Gerät 75
Stoppen
Sequenz 104
Substanz 174
System
Ausschalten 124

T

Tabelle der Peaksummen 207
Teilsequenz
Ergebnissatz-Auswahl 104
Sequenzzeilen 107
TXT 171

Ü

Überwachung
Gerätestatus 75

U

umschließende Kalibrierung 103
umschließende
Kalibrierung 127
zyklische Kalibrierung 136
Unbekannte Probe 185
Unidentifizierte Peaks
Neukalibrierung 188

V

Verbindung abbrechen 10
Verbindung wiederherstellen 11
Verzeichnis
Ergebnissatz 118
Methode 51
Visual Basic 192, 196
Voreinstellungen 70, 98, 113
Vorgänge nach Sequenzausführung 124

W

Wichtung
gleiche 181
Kalibrierpunkte 181
lineare 181
quadratisch 181

X

XLS 171, 171

Z

zentrale Datenspeicherung 13
Zyklische Kalibrierung
umschließende 136

www.agilent.com

Inhalt dieses Buchs

In diesem Handbuch werden die verschiedenen Konzepte der Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition beschrieben. Das Handbuch soll Ihr Verständnis der Funktionsweise von ChemStation vertiefen. Es enthält Informationen zu den folgenden Themen:

- Grundlegende Konzepte
- Datenerfassung
- Automation/Sequenzen
- Analysenwarteschlange und Warteschlangenplaner
- Datenanalyse- und Datenprüfungskonzepte
- Kalibrierung
- Reportausgabe
- CE-spezifische Konzepte und Funktionen

© Agilent Technologies 2010-2013, 2014

Printed in Germany
09/2014

M8301-92016

Agilent Technologies